

渝东南及黔西北地区龙马溪组 页岩气储层微观孔隙表征

史森, 于炳松, 薛志鹏, 时文, 孙梦迪

(中国地质大学(北京)地球科学与资源学院)

摘要 以渝东南地区渝页1井和黔西北地区习页1井、桐页1井的下志留统龙马溪组页岩岩心样品为研究对象,使用场发射扫描电镜观察孔隙的微观形态,并通过X射线微米CT扫描提取孔隙的空间结构参数,力求从二维、三维层面分别对页岩的孔隙进行特征定性。由扫描电镜观察知,研究区页岩气储层发育粒间孔、粒内孔、有机质孔及微裂缝等多种类型,孔隙多为宏孔($>50\text{ nm}$)及中孔($2\sim 50\text{ nm}$)。粒间孔中,矿物晶粒间孔发育较广泛;粒内孔以矿物集合体内孔为主,如“草莓状”黄铁矿结核内的晶间孔隙;有机质孔多为圆形、椭圆形的宏孔及中孔。通过CT扫描和孔隙模型的三维重建可知,孔隙多呈孤立状、条带状分布,连通性较差。

关键词 重庆; 贵州; 龙马溪组; 页岩储层; 页岩气; 孔隙特征

中图分类号 TE122.2

文献标识码 A

页岩气储层的孔隙特征是决定该储层含气性的重要因素,同时也是对该储层进行评价的关键^[1]。储层的微观孔隙表征对页岩气资源的勘探、开发以及资源潜力评价等都有着重要的意义。目前,表征孔隙的方法主要有定性分析与定量分析两种:定性分析主要包括扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)观察以及CT三维断层扫描等,而定量分析则包括压汞分析、BET比表面积分析、气体等温吸附、核磁共振(NMR)等技术方法^[2-6]。北美地区上古生界含气页岩已进行了大量的研究,页岩的热成熟度低—中等^[7],内部的微观孔隙可大致分类为:(1)粒间孔,发育于矿物颗粒与晶粒之间的孔隙;(2)粒内孔,发育于颗粒(矿物、晶粒、生物等)内部的孔隙;(3)有机质孔,发育于有机质内部的孔隙^[8]。并且,国际理论和应用化学协会(IUPAC)将孔径 $<2\text{ nm}$ 的称为微孔,孔径处于 $2\sim 50\text{ nm}$ 的称为中孔,而孔径 $>50\text{ nm}$ 的称为宏孔^[9]。据此,北美石炭系Barnett页岩的孔隙类型以有机质宏孔为主,孔径大小约 100 nm ,还发育有大量孔径处于 $5\sim 15\text{ nm}$ 之间的中孔;而粒间孔、粒内孔因胶结作用而变得稀少^[10-11]。

相对北美地区上古生界页岩气储层而言,中国南方海相页岩的形成年代更早(层位多为下古生界寒武系及志留系),且层系厚度更大、热成熟度更高^[12-14],其中,渝东南及黔西北地区下志留统龙马溪组是重要的页岩气储集层位,以黑色页岩、粉砂质泥(页)岩为主,含大量笔石,局部夹杂有硅质泥岩,其有机质含量变化范围较大且热成熟度高,多处于高—过成熟期($R_o>2.0\%$)^[15]。前人基于川渝地区的岩样研究,认为龙马溪组富有机质页岩内除有机质孔、矿物质孔(主要包括颗粒间孔及颗粒内孔)较为发育外,还发育有一些微裂缝,并以中孔、宏孔为主^[16-18]。在前人研究基础上,本文选择渝东南及黔西北地区的3口井、12块岩样,通过定性的研究方法(场发射扫描电镜观察与X射线微米CT扫描)来表征龙马溪组高成熟度、富有机质页岩的孔隙特征。首先使用高分辨率、高放大倍数的场发射扫描电镜观察,然后通过X射线微米CT扫描页岩样品,并提取其内部孔隙的空间结构,重建孔隙的网络模型,力求更为直观地展示我国南方海相高—过成熟富有机质页岩的孔隙类型与孔隙结构特征。

收稿日期: 2015-03-31; 改回日期: 2015-05-11

本文受中国高等学校博士学科点专项科研基金优先发展领域项目“中国南方海相富有机质页岩天然气吸附机理与储气性能研究”(编号:20120022130001)资助

史森:女,1987年生。现为中国地质大学(北京)博士研究生,主要从事沉积学及非常规油气储层地质学研究。通讯地址:100083 北京市海淀区学院路29号中国地质大学(北京)地球科学与资源学院; E-mail: miaoer727@126.com

1 样品采集与测试

1.1 井位与样品

本文以渝东南及黔西北地区龙马溪组富有机质页岩为研究对象,样品取自渝页 1 井、习页 1 井及桐页 1 井 3 口井(井位见图 1)的岩心,共采样 12 块(表 1),进行扫描电镜观察(其中习页 1 井的 4 块样品同时用于 CT 扫描),所采样品均具高的热成熟度(R_o 平均值为 2.54%)。

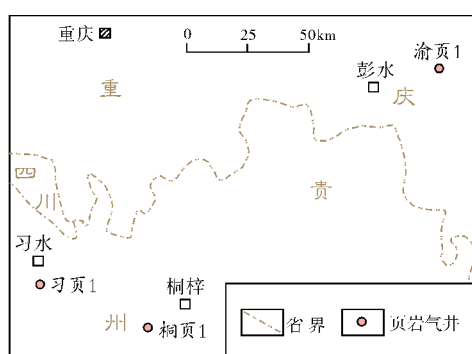


图 1 研究区页岩气储层采样井地理位置

表 1 研究区页岩岩心样品信息

| 井名 | 样品号 | 深度 (m) | R_o (%) | TOC (%) |
|------|--------|-----------|--------------|------------|
| 渝页 1 | YY1-2 | 139 | 1.92 | 0.83 |
| 渝页 1 | YY1-6 | 176 | 2.06 | 1.29 |
| 渝页 1 | YY1-9 | 205 | 1.66 | 1.52 |
| 渝页 1 | YY1-16 | 275 | 2.21 | 1.34 |
| 渝页 1 | YY1-17 | 285 | 2.26 | 2.05 |
| 习页 1 | XY1-18 | 605 | 3.96 | 0.70 |
| 习页 1 | XY1-14 | 625.1 | 2.84 | 0.95 |
| 习页 1 | XY1-12 | 630.1 | 3.86 | 1.20 |
| 习页 1 | XY1-3 | 644 | 3.12 | 4.88 |
| 桐页 1 | TY1-9 | 625 | 1.94 | 0.30 |
| 桐页 1 | TY1-8 | 635 | 2.06 | 0.44 |
| 桐页 1 | TY1-6 | 644 | 2.53 | 0.48 |
| 平均值 | | | 2.54 | 1.33 |

1.2 测试方法

使用场发射扫描电镜观察孔隙的类型和大小。场发射扫描电镜具有超高分辨率,能够进行各种固态样品表面形貌的二次电子成像、反射电子

成像观察及图像处理等^[19-20]。实验工作条件: ZEISS SUPRA 55 SAPPHIRE 型场发射扫描电镜,加速电压 15 kV,图像分辨率 0.8 nm,室温 20℃; OXFORD X-act 型 X 射线能谱仪,探测元素范围: Be(4)–Fm(100)。页岩的结构非常致密,含大量微孔隙,样品断面表面粗糙,若仅在新断面镀膜观察其表面的微形貌特征,很难观察到纳米级孔隙及孔隙的形状、大小、分布等特征,故先通过氩离子光束对样品表面进行抛光处理,得到一个平面后再在其表面喷镀金(Au)膜,然后使用扫描电镜观察孔隙结构,同时利用 X 射线能谱仪探测组成矿物的化学成分并确定矿物种属。

采用 Xradia 公司生产的 X 射线微米 CT 扫描仪进行扫描,分辨率范围: 0.5~70 μm 。分别对习页 1 井的 4 块岩心样品进行全面扫描,扫描分辨率为 14 μm 。首先,观测三维 CT 图像,选出微样本钻取区,确定微样本的扫描分辨率;然后,从每块岩样选定区域内钻取出直径为 2 mm 的圆柱体微样,再放入仪器进行扫描。利用 CT 扫描可在不破坏样品的条件下通过大量的图像数据对特征面进行全面展示,可真实地反映出分辨精度下岩心内部的孔隙结构与相对密度大小^[21-22]。

2 结果与讨论

2.1 孔隙类型

按页岩孔隙产状的不同可分为矿物基质孔、有机质孔和微裂缝,其中矿物基质孔可分为粒间孔与粒内孔。粒间孔包括颗粒间孔、矿物晶粒间孔、黏土矿物矿片间孔、刚性颗粒边缘孔等。粒内孔包括矿物集合体内孔、颗粒内孔、晶粒铸模孔以及化石铸模孔等,而矿物集合体内孔又包括黄铁矿结核内晶间孔、黏土矿物集合体内矿片间孔等^[2,8]。

在扫描电镜得到的图像中,金属矿物(主要为黄铁矿)的亮度最高,黏土矿物与脆性矿物石英、方解石等亮度适中,有机质的亮度低,而孔隙的亮度最低,可借显像亮度不同初步区分出不同的矿物及孔隙。由观察知,渝东南、黔西北地区龙马溪组黑色页岩内矿物基质孔(包括粒间孔、粒内孔)及有机质孔较发育,并发育有少量微裂缝(图 2)。

2.1.1 粒间孔

粒间孔的数量相对较多,且连通性好,可形成有

效的可渗透孔隙网络。相对粒内孔与有机质孔而言,粒间孔隙较大,为微米到纳米量级,包括颗粒间孔、矿物晶粒间孔、黏土矿物矿片间孔、刚性颗粒边缘孔

等。所观察的样品中以矿物晶粒间孔最为常见,如不同种属的矿物晶粒间的孔隙(图 3a—3c)、黏土矿物晶粒之间的孔隙(图 3d)等,有机质充填于大的孔隙内。

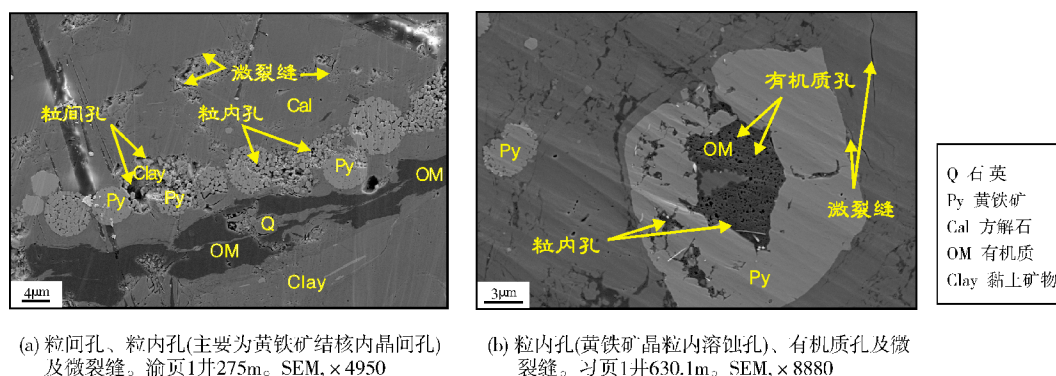


图2 研究区龙马溪组页岩气储层内不同孔隙的扫描电镜照片

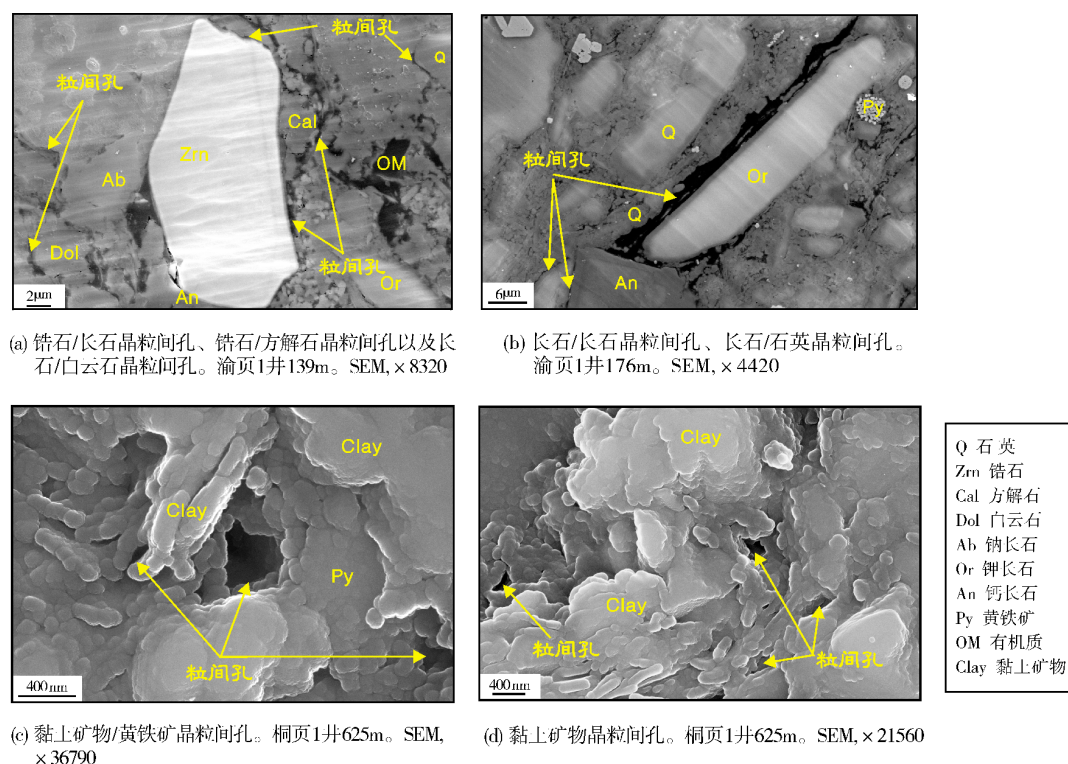


图3 研究区龙马溪组页岩粒间孔的扫描电镜照片

2.1.2 粒内孔

发育于颗粒内部的孔隙为粒内孔,一般为纳米量级。粒内孔可以是原生的,也可以是经后期成岩作用改造而形成的,在所观察的样品中粒内孔较少,以矿物集合体内孔和颗粒内孔最为常见。

矿物集合体内孔 (1)黏土矿物集合体内矿片

间孔,孔隙较小(图4a);(2)“草莓状”黄铁矿结核内晶间孔隙,孔隙较大,孔径多 $>100\text{ nm}$,为宏孔(图4b—4d)。

颗粒内孔 可见大量方解石矿物颗粒内孔,孔径多为 50 nm 左右,有的孔径 $>50\text{ nm}$,为中孔—宏孔(图4e,4f),这些孔隙可能是矿物颗粒经后期溶蚀作用而形成。

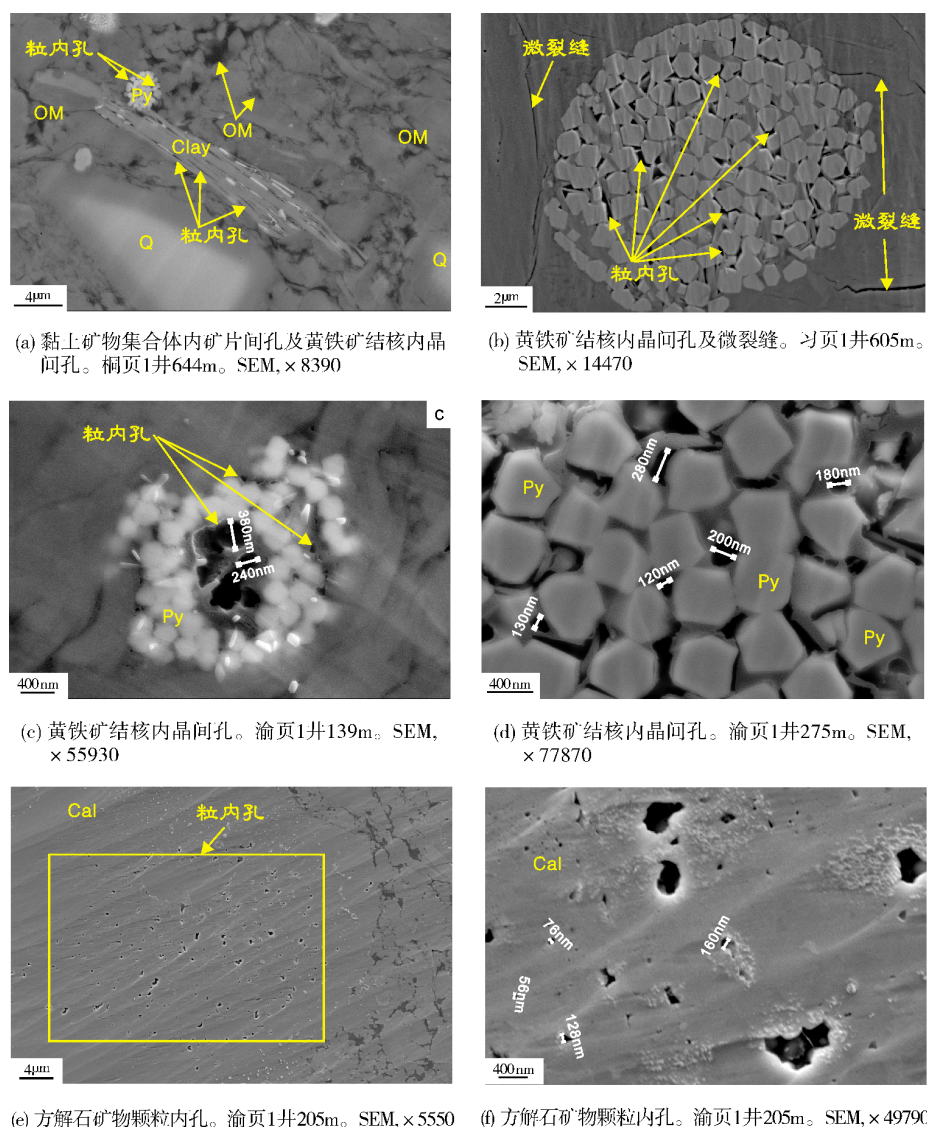


图4 研究区龙马溪组页岩粒内孔的扫描电镜照片

2.1.3 有机质孔

有机质孔也是粒内孔,是发育于有机质内部的孔隙。所取样品的热成熟度高(R_o 平均值 $>2.0\%$),发育有大量的有机质孔隙,形态多为圆形、椭圆形(图5a,5b),孔径多大于50 nm,并且孔径在100 nm左右的孔隙居多,为宏孔(图5c,5d),少量孔径在2~50 nm之间,为中孔(图5c)。

2.2 孔隙结构

孔隙结构是孔隙与喉道发育的总貌,它决定着储层的孔渗特征。对CT扫描的图像提取宏孔

隙,进一步建立三维孔隙空间模型,可以更为直观地表征孔隙结构。需说明的是,由于X射线微米CT扫描仪的分辨率较低,岩样内部大量的纳米级微孔还得不到精确的呈现。

2.2.1 二值化图像

CT扫描图像的灰度值可以反映出岩石内部物质的相对密度,利用图像分割技术可从256色灰度图中分辨出孔隙,得到孔隙结构的二值化图像^[23-27](图6),图中明亮的白色部分反映高密度物质(即岩石中的矿物基质),深黑色部分则反映孔隙。

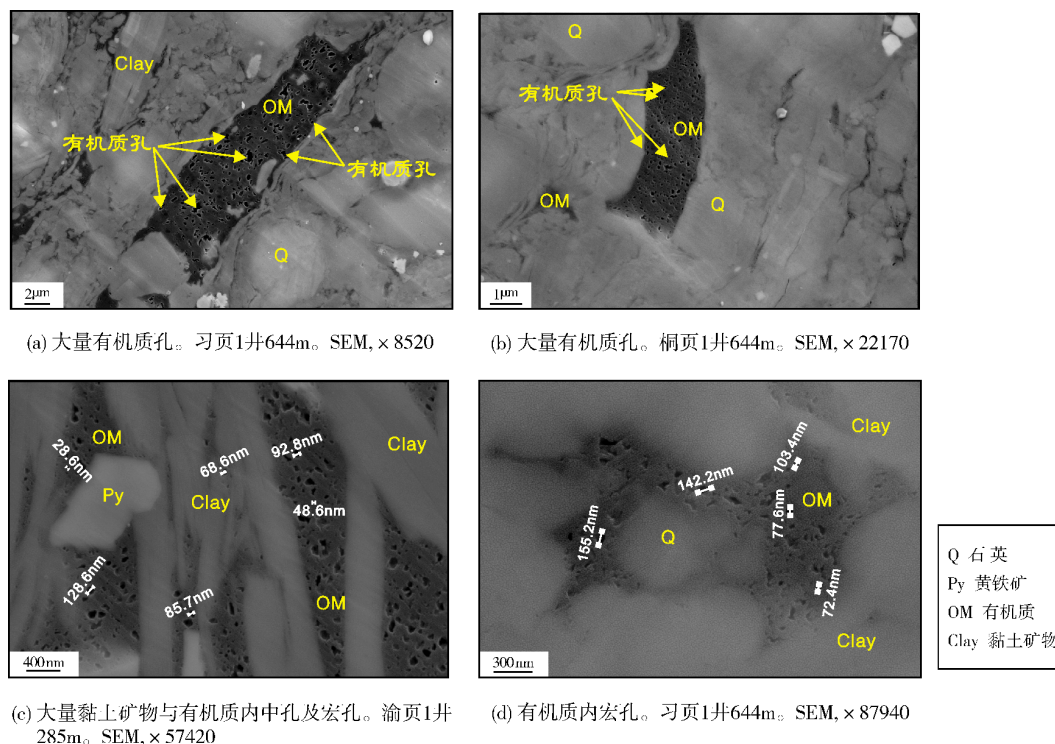


图5 研究区龙马溪组页岩有机质孔的扫描电镜照片

2.2.2 孔隙网络模型

从二值化图像中提取出“损伤区域”(孔隙、微裂隙等),这些区域通常被称为目标区域,提取目标区域的过程就是图像分割^[27],而宏孔隙的空间结构通过“最大球法”^[28-29]来提取。“最大球法”是把一系列不同尺寸的球体填充到岩心三维图像的孔隙空间中,通过这些相互叠合或包含的球串来表征整个岩心的孔隙结构。“孔隙”和“喉道”是表征孔隙结构的两个基本单元,“孔隙”和“喉道”通过在球串中寻找局部最大球与两个最大球之间的最小球而确立,“喉道”是连接两个“孔隙”的单元^[30]。最终,整个孔隙空间可被简化为以“孔隙”和“喉道”为单元的网络结构模型,形成“孔隙—喉道—孔隙”的配对关系。

从目标区域中提取出结构化的“孔隙—喉道”,并对其内部孔隙的尺寸分布(包括孔隙和喉道半径分布、孔喉半径比分布、形状因子分布等)及孔隙连通性进行统计分析,可以建立岩心微样的相分割模型(图7a—7d),模型中红色部分表示矿物颗粒,蓝色部分表示孔隙空间。

根据提取的“孔隙—喉道”模型可以重建孔隙的

空间网络模型(图7a'—7d')。经三维重建后,可清晰地看到孔隙在岩心微样内沿其内部的微裂缝密集分布(图7a'),在三维空间内呈孤立状不均匀分布(图7b'),岩样内孔隙的连通性较差。

由于X射线微米CT扫描仪器的分辨率较低,尚不足以揭示矿物颗粒内部的微孔,故重建的三维孔隙空间模型仅还原了相应精度下岩心内部孔隙的真实分布,图像呈现的孔隙度会小于实际孔隙度。

3 结论

(1)由场发射扫描电镜观察,渝东南及黔西北地区下志留统龙马溪组页岩内部除含矿物基质孔(包括粒间孔和粒内孔)外,还发育有大量的有机质孔,多为宏孔及中孔。粒间孔以不同矿物晶粒之间的孔隙最为丰富;粒内孔以矿物集合体内孔和颗粒内孔最为常见,如黏土矿物集合体内矿片间孔、“草莓状”黄铁矿结核内晶间孔以及方解石矿物颗粒内孔等。

(2)X射线微米CT扫描与孔隙网络结构的三维重建揭示了龙马溪组页岩内孔隙的空间分布及连通性,孔隙多呈孤立状、带状分布,连通性较差。

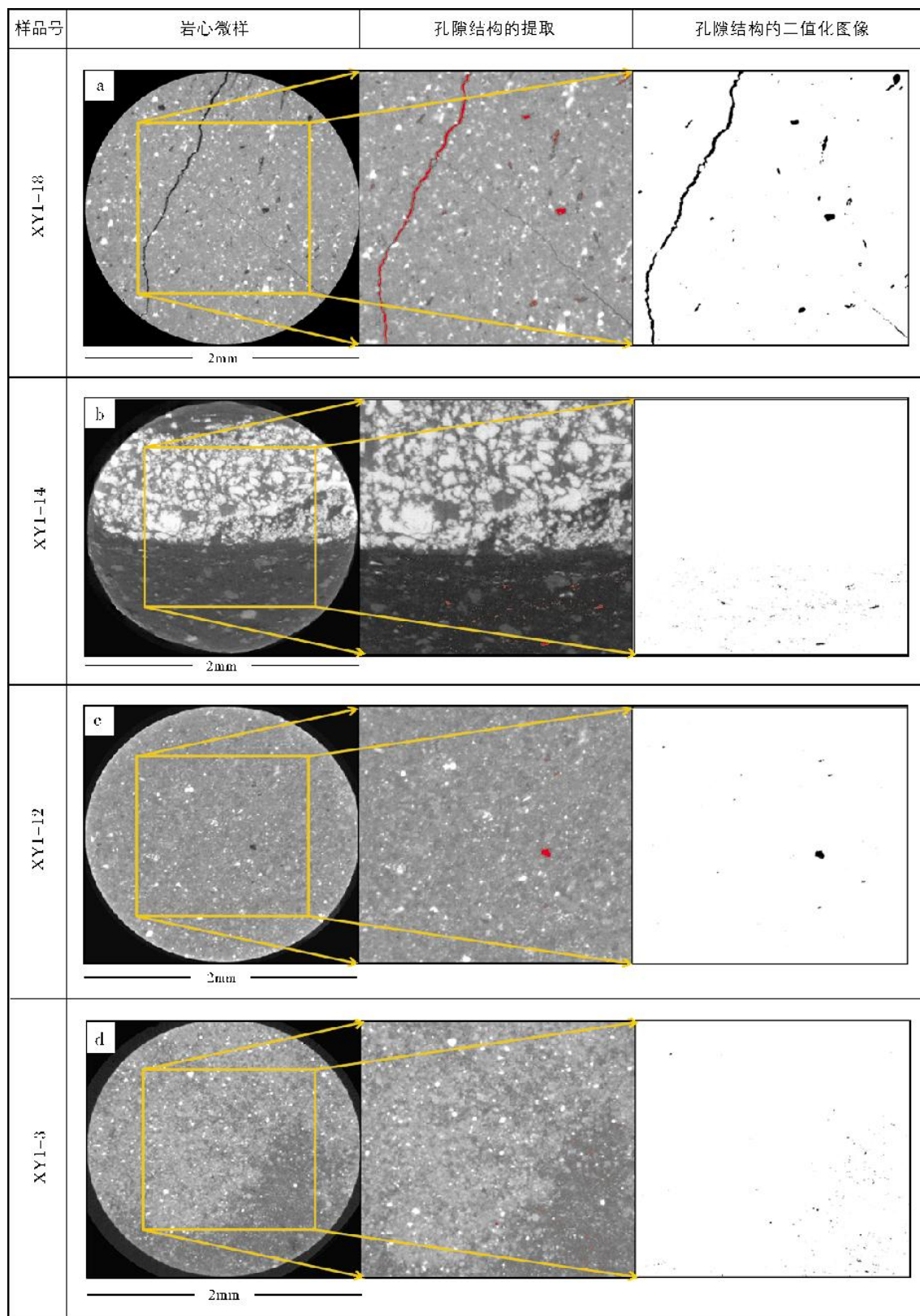
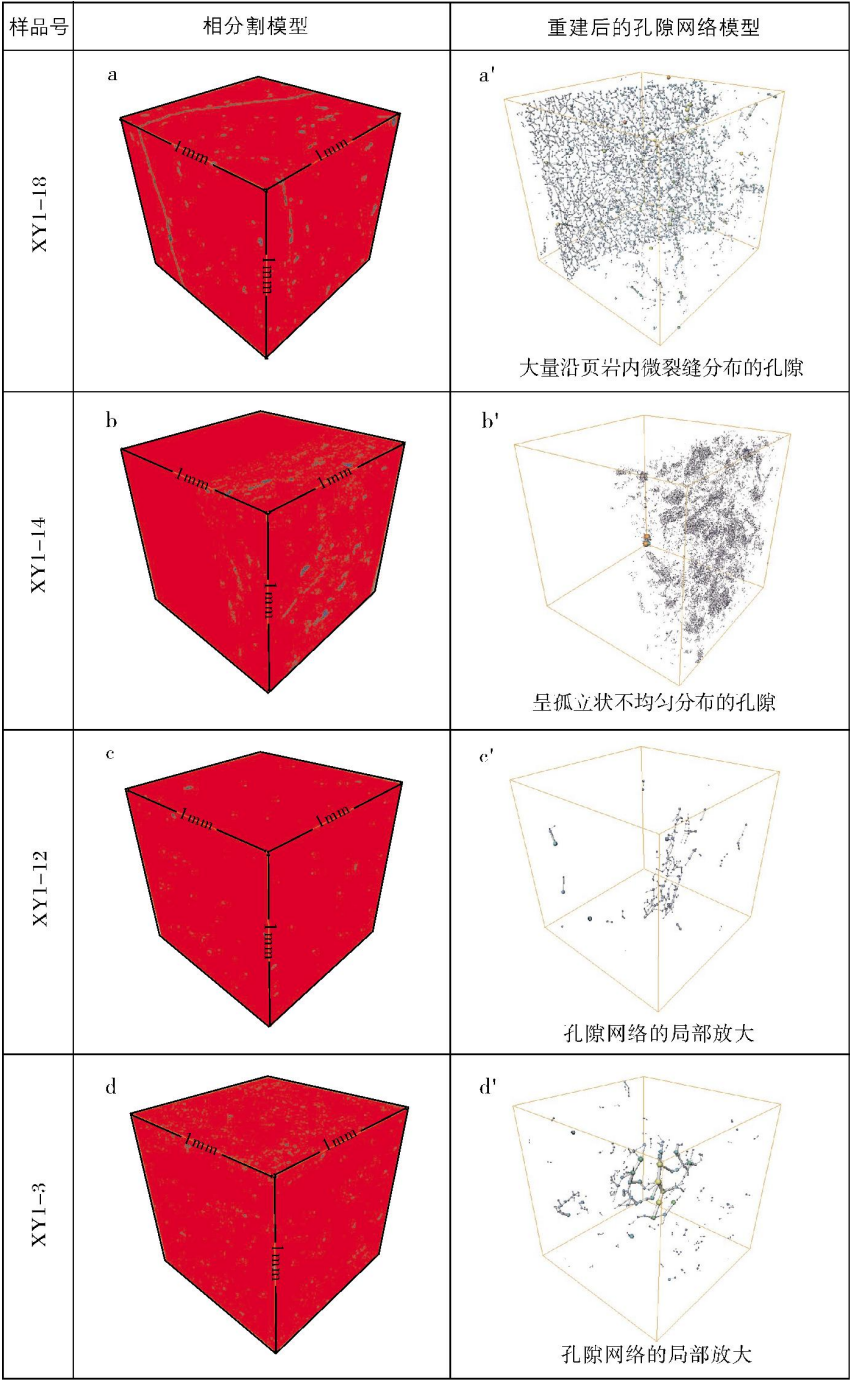


图 6 研究区龙马溪组页岩岩心微样内孔隙结构的提取



相分割模型中:红色表示矿物颗粒,蓝色为孔隙空间

图7 研究区龙马溪组页岩岩心微样的相分割模型与孔隙网络模型

(3)通过使用场发射扫描电镜与X射线微米CT扫描仪相结合的实验手段,从二维、三维层面分别对龙马溪组页岩气储层内孔隙的微观结构进行了定性表征。使用高分辨率、高放大倍数的场发射扫描电镜

可更细致地观察孔隙的类型和形态;通过X射线微米CT扫描仪对孔隙网络结构的扫描、提取与三维重建,可以直观地展现岩心内部的孔隙分布,但受仪器分辨率的限制,部分孔隙为多个纳米级孔隙的叠加。

参考文献

- [1] 焦堃,姚素平,吴浩,等. 页岩气储层孔隙系统表征方法研究进展[J]. 高校地质学报, 2014, 20(1): 151-161.
- [2] 于炳松. 页岩气储层孔隙分类与表征[J]. 地学前缘, 2013, 20(4): 211-220.
- [3] 崔景伟,邹才能,朱如凯,等. 页岩孔隙研究新进展[J]. 地球科学进展, 2012, 27(12): 1319-1325.
- [4] Curtis M E, Sondergeld C H, Ambrose R J, et al. Microstructural investigation of gas shales in two and three dimensions using nanometer-scale resolution imaging[J]. AAPG Bulletin, 2012, 96(4): 665-677.
- [5] 马永,钟宁宇,黄小艳,等. 聚焦离子束扫描电镜(FIB-SEM)在页岩纳米级孔隙结构研究中的应用[J]. 电子显微学报, 2014, 33(3): 251-256.
- [6] 伍岳,樊太亮,蒋恕,等. 海相页岩储层微观孔隙体系表征技术及分类方案[J]. 地质科技情报, 2014, 33(4): 91-97.
- [7] Curtis J B. Fractured shale-gas systems[J]. AAPG Bulletin, 2002, 86(11): 1921-1938.
- [8] Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, et al. Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores[J]. AAPG Bulletin, 2012, 96(6): 1071-1098.
- [9] Rouquerol J, Avnir D, Fairbridge C W, et al. Recommendations for the characterization of porous solids[J]. Pure and Applied Chemistry, 1994, 66(8): 1739-1758.
- [10] Slatt M R, O'Brien N R. Pore types in the Barnett and Woodford gas shales: Contribution to understanding gas storage and migration pathways in fine-grained rocks[J]. AAPG Bulletin, 2007, 97(4): 579-601.
- [11] Roger S, Prema S, Gariel B, et al. Reservoir characterization of unconventional gas shales: Example from the Barnett shale[C]// Proceeding of AAPG Annual Convention, Texas. 2008: 20-30.
- [12] 张金川,聂海宽,徐波,等. 四川盆地页岩气成藏地质条件[J]. 天然气工业, 2008, 28(2): 151-156.
- [13] 董大忠,程克明,王玉满,等. 中国上扬子区下古生界页岩气形成条件及特征[J]. 石油与天然气地质, 2010, 31(3): 288-299.
- [14] 范二平,唐书恒,张成龙,等. 湘西北下古生界黑色页岩扫描电镜孔隙特征[J]. 古地理学报, 2014, 16(1): 133-142.
- [15] 李娟. 渝东南地区龙马溪组黑色页岩储层特征——以鹿角剖面 and 渝页 1 井为例[D]. 北京: 中国地质大学, 2013.
- [16] 武景淑,于炳松,张金川,等. 渝东南渝页 1 井下志留统龙马溪组页岩孔隙特征及其主控因素[J]. 地学前缘, 2013, 20(3): 260-269.
- [17] 聂海宽,边瑞康,张培先,等. 川东南地区下古生界页岩储层微观类型与特征及其对含气量的影响[J]. 地学前缘, 2014, 21(4): 331-343.
- [18] 郭旭升,李宇平,刘若冰,等. 四川盆地焦石坝地区龙马溪组页岩微观孔隙结构特征及其控制因素[J]. 天然气工业, 2014, 34(6): 9-16.
- [19] 陈丽华,缪昕,魏宝和. 扫描电镜在石油地质上的应用[M]. 北京: 石油工业出版社, 1990: 12-30.
- [20] 焦淑静,韩辉,翁庆萍,等. 页岩孔隙结构扫描电镜分析方法研究[J]. 电子显微学报, 2012, 31(5): 432-436.
- [21] 张朝宗. 工业 CT 技术和原理[M]. 北京: 科学出版社, 2009.
- [22] 白斌,朱如凯,吴松涛,等. 利用多尺度 CT 成像表征致密砂岩微观孔喉结构[J]. 石油勘探与开发, 2013, 40(3): 329-333.
- [23] Ambrose R J, Hartman R C, Akkutlu Y, et al. New pore-scale consideration for shale gas in place calculations[C]// Proceeding of SPE Unconventional Gas Conference. Pennsylvania: SPE paper 131772, 2010.
- [24] Suicmez V S, Touati M. Pore network modeling: A new technology for SCAL predictions and interpretations[C]// Proceeding of SPE Saudi Arabia symposium. Saudi Arabia: SPE paper 110961, 2007.
- [25] 杨更社,刘慧. 基于 CT 图像处理技术的岩石损伤特性研究[J]. 煤炭学报, 2007, 32(5): 463-468.
- [26] 张青成,王万富,左建民,等. 煤岩 CT 图像二值化阈值选取及三维重构技术研究[J]. CT 理论与应用研究, 2014, 23(1): 45-51.
- [27] 马天寿,陈平. 基于 CT 扫描技术研究页岩水化细观损伤特性[J]. 石油勘探与开发, 2014, 41(2): 227-233.
- [28] 王金勋,刘庆杰,杨普华. 应用 Bethe 网络研究孔隙结构对两相相对渗透率的影响[J]. 重庆大学学报: 自然科学版, 2000, 23(增刊): 130-132.
- [29] Fredrich J T, Menendez B, Wong T F. Imaging the pore structure of geomaterials[J]. Science, 1995, 268: 276-279.
- [30] Hu Dong, Touati M, Aramco S, et al. Pore network modeling: Analysis of pore size distribution of Arabian core samples[C]// Proceeding of the 15th SPE Middle East Oil & Gas Show and Conference. Kingdom of Bahrain: SPE paper 105156, 2007.

编辑:董庸

Characteristics of Microscopic Pores in Lower Silurian Longmaxi Shale Gas Reservoirs in Southeastern Chongqing and Northwestern Guizhou Areas

Shi Miao, Yu Bingsong, Xue Zhipeng, Shi Wen, Sun Mengdi

Abstract: Pore space is characteristic in Lower Silurian Longmaxi shale reservoirs in southeastern Chongqing and northwestern Guizhou areas. Shale samples are collected from Wells YY-1, XY-1 and TY-1 in the areas. Observed with SEM, four types of pores can be recognized, including intergranular pores, intragranular pores, organic-matter pores and microfractures, most of which are macropores (>50nm) and mesopores (2~50nm). Mineral intercrystalline pores are common in intergranular pores. Mineral aggregates, such as pyrite framboids, are general in intragranular pores. Organic-matter pores are mostly round or elliptic with large sizes as macropores and/or mesopores. By the micro-CT scanning to part of samples, the 3-D structure models of nanometer-scaled pores are re-established. It is shown that most micropores are isolated or stripped with poor pore networks and connectivity in Longmaxi shales.

Key words: Lower Silurian; Longmaxi Fm; Shale reservoir; Shale gas; Pore type; Chongqing; Guizhou

Shi Miao: Doctoral candidate at China University of Geosciences. Add: College of Earth Sciences and Resources, China University of Geosciences, 29 Xueyuan Rd., Beijing, 100083, China