

庞河清, 曾焱, 刘成川, 等. 基于氮气吸附 - 核磁共振 - 氩离子抛光场发射扫描电镜研究川西须五段泥质岩储层孔隙结构[J]. 岩矿测试, 2017, 36(1): 66 - 74.

PANG He-qing, ZENG Yan, LIU Cheng-chuan, et al. Investigation of Pore Structure of a Argillaceous Rocks Reservoir in the 5th Member of Xujiahe Formation in Western Sichuan, Using NAM, NMR and AIP-FESEM[J]. Rock and Mineral Analysis, 2017, 36(1): 66 - 74. 【DOI: 10. 15898/j. cnki. 11 - 2131/td. 2017. 01. 010】

基于氮气吸附 - 核磁共振 - 氩离子抛光场发射扫描电镜研究川西须五段泥质岩储层孔隙结构

庞河清¹, 曾焱², 刘成川¹, 黎华继¹, 彭军³, 严焕榕¹, 陈俊¹

(1. 中国石化西南油气分公司勘探开发研究院, 四川 成都 610041;
2. 中国石化西南油气分公司开发管理部, 四川 成都 610041;
3. 西南石油大学资源与环境学院, 四川 成都 610500)

摘要: 微观孔隙作为泥质岩的有效储集空间, 其孔隙结构参数是作为气藏评价及资源量估算的重要依据。本文应用氮气吸附法(NAM)、核磁共振法(NMR)、氩离子抛光及场发射扫描电镜(AIP - FESEM)研究川西须五段泥质岩微观孔隙特征, 结果表明: ①氩离子抛光及场发射扫描电镜在表征微观孔隙形态与类别时有一定优势, 但定量表征孔隙参数时, 受图像二值化阈值的影响, 表征结果偏差较大, 可结合氮气吸附法来定量表征其孔径大小; ②核磁共振受岩石骨架影响小, 能够更精细反映岩石的物性条件, 可定量计算孔隙度与可动流体饱和度, 但对样品的孔隙形态反映较差; ③综合上述三种方法, 在须五段泥质岩中可识别出一定量的纳米级中、大孔, 孔径大多介于几十纳米到几百纳米之间, 孔隙连通性差, 孔隙度主要介于 2.3% ~ 7.4% 之间, 孔隙类型以粒间孔、晶间孔最发育, 有机孔隙、微裂缝次之, 粒内孔隙最不发育。总体而言, 融合了三种技术方法能更精确、更全面地反映泥质岩孔隙结构特征, 能得到更完善的储层孔隙结构参数, 在定量表征泥质岩孔隙结构中具有广泛的应用前景。

关键词: 泥质岩; 孔隙结构; 氮气吸附; 核磁共振; 氩离子抛光及场发射扫描电镜

中图分类号: P588.22; P575.2 **文献标识码:** A

随着页岩气工业的兴起, 人们逐渐加强对泥质岩的地质特征研究, 其中泥质岩微观孔隙系统更是研究热点^[1]。由于泥质岩储层属于微纳米级的超低孔、特低渗非常规储层, 其孔喉结构特征异常复杂, 研究手段极度依赖于高精度的电子显微镜及非常规实验分析^[2-3]。

高精度显微镜方面, 目前可达到微、纳米级的高分辨技术主要有激光扫描共聚焦显微镜、聚焦离子束扫描电镜(FIB - SEM)、场发射扫描电镜(FESEM)、环境扫描电镜(ESEM)、微纳米 CT 扫描等。邹才能等^[4]应用场发射扫描电镜识别出川南龙马溪组页岩纳米级有机质孔、无机孔等; 牛露等^[5]应用场发射扫描电镜及环境扫描电镜在华北地区北部中 - 上远古界泥页岩识别出大量微纳米级孔、缝; 马勇等^[6]应用聚焦离子束扫描电镜在渝东南下寒武统牛蹄塘组页岩中发现总孔隙度主要来自溶蚀孔和矿物粒间孔隙; 李娟等^[7]应用场发射扫描电镜在黔西北龙潭组泥页岩中识别出大量纳米级粒间孔、粒内孔隙及有机孔隙。鉴于陆相泥质岩气藏地质特征异常复杂, 虽然各种高精度电子显微镜在定性识别泥质岩微观孔隙类型与形态方面有一定优势, 但通过图像定量识别孔隙时, 二值化阈值的设定

受主观因素影响较大,以致大量微孔隙无法识别,需结合非常规实验分析方法来使用。

非常规实验分析方面,目前测定泥页岩储层孔隙主要应用恒速压汞法、GRI法、氮气吸附法、氦气法、核磁共振法等实验方法^[1,3,8]。由于受实验条件的限制,GRI法、氮气吸附法在北美页岩气广泛应用,我国则常用恒速压汞法、氦气法以及核磁共振法。然而对于恒速压汞,由于目前使用的恒速压汞仪(美国的ASPE-730型)最高测试压力较低,以致汞很难进入特低孔、超低渗的泥质岩孔喉体内,因此对泥质岩储层并不适合做恒速压汞实验,更何况恒速压汞实验时间较长,制作样本较小,若非均质性较强的储层,其结果与实际情况存在较大偏差。对于氦气法,虽然氦气分子半径为0.09 nm,能适合孔隙较小的样品测试,但是氦气不能充入孤立的封闭孔隙,测量的孔隙度偏低^[1]。岩样核磁共振法由于不受岩石骨架影响,能够更精细反映岩石的物性条件。氮气吸附法是由于在低温液氮条件下气体不易发生化学吸附,测量最小孔径达到0.6 nm,在我国泥页岩微观孔隙研究中的应用逐渐广泛。

总体来说,上述每种方法都有其分辨率的差异以及性能上的优缺点,表征的孔隙结构也有其差异性及有效性^[6,9],以致许多学者仅阐述了不同技术手段的实验结果,而缺乏系统的研究成果。在此,本文综合了氮气吸附法、核磁共振法、氩离子抛光及场发射扫描电镜对陆相泥质岩储层的微观孔隙结构特征开展研究,以期通过多技术手段的融合,达到实验条件优缺点互补的目的,力争更全面地反映陆相泥质岩储层孔隙结构特征,为后续的评价工作提供地质依据。

1 实验部分

1.1 实验样品概况

川西坳陷上三叠统须家河组五段地层岩性主要为深灰、灰黑色泥页岩、碳质泥岩,夹浅灰色、灰色极细粒岩屑砂岩、粉砂岩,局部夹煤层(线)^[10]。地层厚度在区内分布较为稳定(在440~660 m之间,平均为530 m),地层埋深相对较浅(在2500~3700 m之间)。须五地层泥质岩有机质类型属于典型的腐植型干酪根类型;其总有机碳(TOC)含量为0~40.98%,平均为2.62%,主要分布在0~1%和1%~2%之间; T_{\max} 值主要介于444~503℃之间,平均为469.98℃;镜质体反射率(R_o)介于0.83%~1.53%之间,平均为1.19%,表明其热演化程度总

体处于低成熟~高成熟阶段。本次研究所选的样品主要来自新场地区井下岩心样品。常规气体物性分析的泥质岩孔隙介于0.28%~5.99%,平均值为2.13%,渗透率为0.001~5.201 mD,平均值为0.46 mD,基质渗透率为0.001~0.929 mD,平均值为0.08 mD,表明不同岩性储层物性很差,属于特低孔-超致密储层。在实际工作过程中,对XYHF-1井采集了20多个样品,进行多类别的分析研究,但为了比较不同实验分析项目对泥质岩微观孔隙结构表征的差异性,本文主要筛选出分析项目齐全、代表性较好的6个样品(XYHF1-2-1、XYHF1-3-1、XYHF1-3-2、XYHF1-3-5、XYHF1-3-6、XYHF1-5-1),分别用氮气吸附法、核磁共振法、氩离子抛光及场发射扫描电镜三种方法进行定性-半定量研究。

1.2 实验分析方法

氮气吸附法:低温低压条件下,甲烷分子动力学直径是0.38 nm,氮气分子动力学直径是0.304 nm,因而用氮气吸附法来检测微-纳米级孔隙直径是可行的。本次实验是在中石化华东分公司实验研究中心通过ASAP2020物理吸附仪来实现,实验环境是低温条件77.35 K,氮气吸附浓度和氦气浓度都达到99.999%,实验前将1~3 g样品在150℃环境下脱气3 h,然后将样品研磨粉碎小于250 μm才开始实验,通过测量不同相对压力条件的吸附量,可求取比表面与孔径分布^[11-12]。

核磁共振法:实验主要由中石化华东分公司实验研究中心2500型核磁共振岩样分析仪(仪器编号201104A)完成,采用CPMG脉冲序列进行横向弛豫时间 T_2 谱测量。样品主要取自井下岩心样品,实验前首先按SY/T 5336—2006规定洗净岩样的剩余盐类,再放至具有一定真空度和湿度的烘箱中烘干,最后放入蒸馏水中饱和8 h,使其含水饱和度达到100%时开展核磁共振实验^[13-14]。

氩离子抛光及场发射扫描电镜:实验主要是由中石化华东分公司实验研究中心ZEISS SIGMA场发射扫描电子显微镜(加能谱仪)完成。参照行业标准SY/T5162—1997和SY/6189—1996对XYHF-1井的6个岩石样品进行前期处理,由于制备的薄片表面形态不规整会影响观察泥页岩微孔,还需用Model 1060氩离子抛光仪对样品进行抛光处理,然后往抛光面喷涂0.8 nm的碳层以增加导电性,在观察中结合能谱仪来分析。

2 孔隙形态及类型划分

2.1 氮气吸附分析

本次研究共收集到须家河组五段陆相泥质 XYHF-1 井岩心样品共 6 个氮气吸附实验资料,曲线特征都类似于 BDDT 定义的 II 型等温吸附曲线^[11-12],图 1 为 6 个样品的等温吸附、解吸曲线图。从图中可知,吸附曲线总体可分为三个阶段:低相对压力段 ($P/P_0 = 0.05 \sim 0.45$)、中等相对压力段 ($P/P_0 = 0.45 \sim 0.5$)、高相对压力段 ($P/P_0 = 0.5 \sim 0.9$)。在低相对压力段,吸附解吸曲线重合且接近直线形状缓慢上升,表明液氮分子在泥页岩表面开始发生吸附或仅在微孔充气^[15];在中等相对压力段,吸附解吸曲线分开,解吸曲线出现一个急剧上升的拐点,解吸曲线在吸附曲线上方,推测是液氮分子在向中孔充填过程中由于从细颈(细孔)到广体(中孔)时产生解吸滞后现象;在高相对压力段,吸附量增加较快,回滞环逐渐变宽,然后在相对压力趋于接近 1 时(即平衡压力接近饱和蒸汽压),吸附与解吸曲线又逐渐重合且吸附量趋于无穷值,表明样品中存在一定量的中、大孔^[15]。根据 IUPAC 滞后环分类标准,图 1 滞后环总体属于 H2 和 H3 型,其中图 1a~c 为 H2 型,对应的孔隙为广体细颈“墨水瓶”形态,表明样品的孔喉结构为中、大孔小喉道,这种孔隙结构有利于气体吸附储集,但不利于气体的渗流;图 1d~f 为 H3 型,对应的孔隙形态为四周开放的平板状狭长孔缝,反映样品中孔隙相对较少,但孔

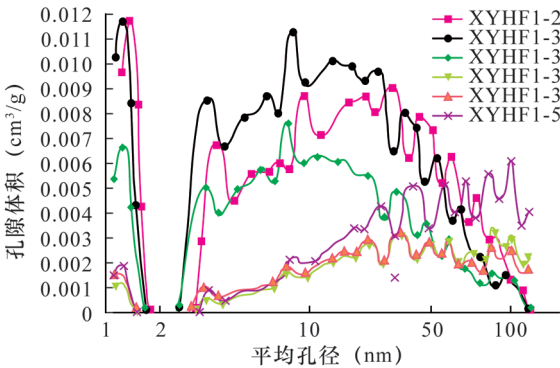


图 2 须五段泥质岩氮气吸附法孔径分布曲线
Fig.2 Pore size distribution of argillaceous rocks in the 5th Member of Xujiahe Formation from nitrogen adsorption

径较大,有利于气体渗流^[11](图 2)。
须五段泥质岩比表面和孔径计算主要是根据 BET 方程和 BJH 方法。得到的泥质岩比表面在 $1.44 \sim 11.7 \text{ m}^2/\text{g}$ 之间,平均为 $7.28 \text{ m}^2/\text{g}$,孔径分布在 $5.75 \sim 15.6 \text{ nm}$ 之间,平均为 8.81 nm (图 2)。由不同孔喉直径下的孔隙体积大小曲线,可以得到对孔体积贡献最大的孔径大小,该孔径即为须五段最主要的孔径值。按照 IUPAC 孔隙分类标准:微孔(孔径 $< 2 \text{ nm}$)、中孔($2 \text{ nm} < \text{孔径} < 50 \text{ nm}$)、大孔(孔径 $> 50 \text{ nm}$)^[16-18],须五段泥质岩孔隙体积中,以中孔为主(孔体积平均为 $0.005685 \text{ cm}^3/\text{g}$),其次为大孔(孔体积平均为 $0.001347 \text{ cm}^3/\text{g}$)、微孔所占比例最少(孔体积平均为 $0.000617 \text{ cm}^3/\text{g}$)。

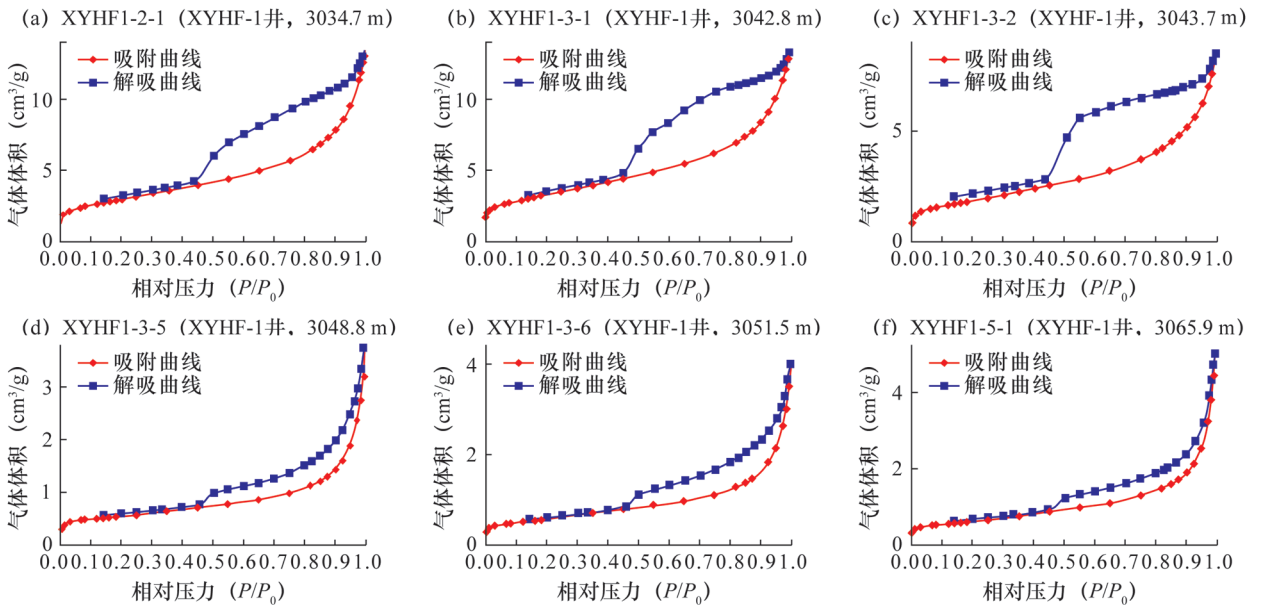


图 1 泥质岩吸附-解吸等温线
Fig.1 Adsorption-desorption isotherms in argillaceous rocks

总体而言,利用氮气吸附法来定量表征其微观孔隙结构,能定量提供样品的比表面及孔径大小,但是该方法依赖于致密储层的连通性,对于孤立、封闭的孔隙则无法表征,因而其测定误差较大,计算数据偏小。

2.2 核磁共振分析

核磁共振是指原子核依据外加磁场作用所产生的共振现象,由于其性能稳定,测试干扰因素较少,精度高,目前在化学、医学、石油地质等领域有着广泛的应用^[14]。岩样核磁共振分析仪与样品孔隙中赋存的氢核(¹H)有关,与样品骨架本身无关^[8]。在核磁共振分析过程中,由于信号强弱、横向弛豫时间 T_2 包含着丰富的物性、含油气性信息。具体表现为信号强弱对应着总孔隙度的大小,横向弛豫时间 T_2 长短对应着孔隙半径大小,即:信号越强,其孔隙度越大,孔隙半径越大,岩石表面对孔隙流体的作用力越小,流体呈可动状态,其弛豫时间也就短,反之亦然^[19]。

研究区泥质岩中 T_2 谱的形态主要有两类:Ⅰ类是 T_2 谱峰值约在 1 ms 处,最大弛豫时间小于 10 ms 的对称单峰,单峰的信号强度普遍较大,反映微孔较发育(图 3a~c),该类 T_2 谱峰样品恰好对应着吸附曲线为 H2 型的样品,代表着广体细颈的孔隙形态;Ⅱ类是 T_2 谱存在彼此相连的双峰或多峰,但信号强度较小,反映样品中孔隙不发育,但孔径较大,连通性较好(图 3d~f)^[13],该类 T_2 谱峰样品恰好对应着

吸附曲线为 H3 型的样品,代表着平板状狭长孔缝类型,其渗流能力较好^[18]。

2.3 孔隙类型划分

鉴于须五段泥页岩绝大部分孔隙都属于中、大孔范畴,为了避免孔隙分类划分过于笼统^[7],本文参考于炳松^[20]提出的泥页岩孔隙分类方案,进一步将本区泥质岩孔隙类型分为矿物基质孔隙、有机质孔隙、微裂缝三大类,其中矿物基质孔隙又进一步划分为粒间孔隙、粒内孔隙、晶间孔隙。

2.3.1 矿物基质孔隙

(1)粒间孔隙:在微裂缝交汇处或在刚性颗粒弯曲的地方被塑性颗粒围绕(图 4a),多呈三角形状或长条形。考虑到须五段地层埋深普遍在 3000 m 左右,储层普遍致密化,粒间孔隙不发育,该类粒间孔隙多数为次生孔隙,其孔径在 90 nm~1.1 μm 之间,面孔率 10.89%,孔隙率 1.34%^[21],反映刚性颗粒或黏土矿物片之间在经压实和胶结作用后的残余孔隙^[20]。

(2)粒内孔隙:主要包括铸模孔、化石内腔孔、黏土或云母片矿物层间粒内孔(图 4b)等。本区须五段黏土矿物层间粒内孔隙在不同样品中都可见,但其孔隙数量十分有限,粒内孔径介于 100~820 nm 之间,面孔率仅 0.98%,孔隙率 1.51%。由于黏土矿物不稳定,其蒙脱石在沉积埋藏转变为伊蒙混层或伊利石的过程中会产生少量粒内孔隙,或者在深埋过程中,由于干酪根热解过程中产生的酸使得

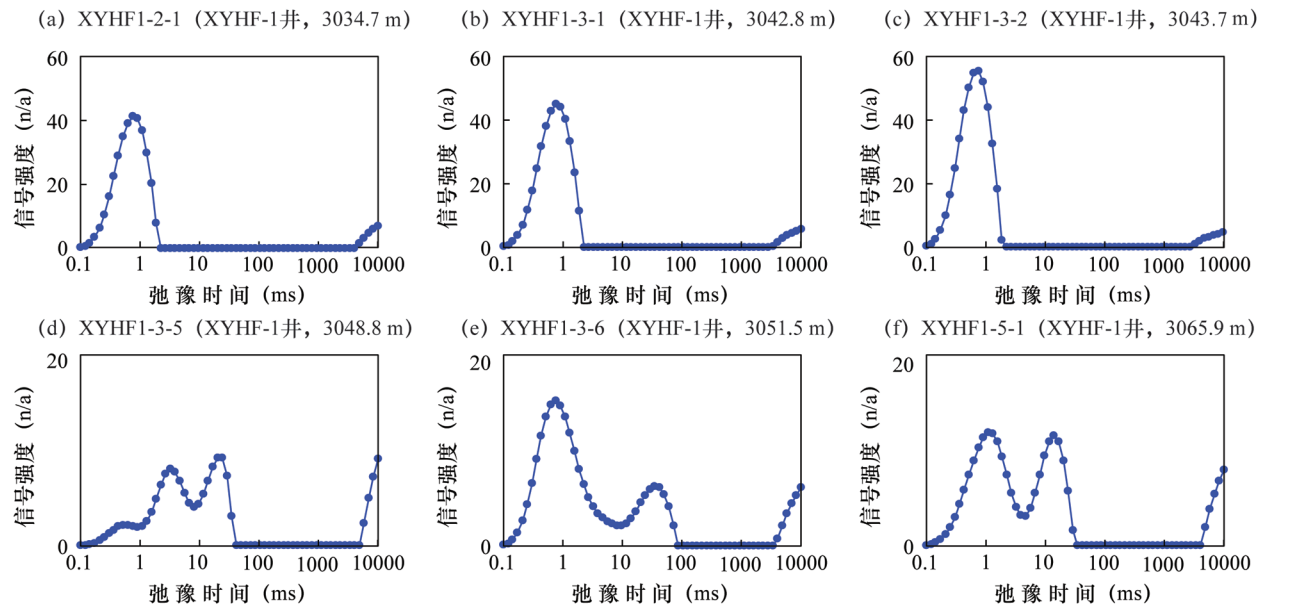


图 3 须五段泥质岩核磁共振 T_2 弛豫时间分布图

Fig. 3 Distribution of NMR relaxation time T_2 of argillaceous rocks in the 5th Member of Xujiahe Formation

不稳定矿物颗粒易溶解而形成粒内孔隙或粒内溶蚀孔,其孔隙形态以圆-次圆为主,呈絮状或孤立状分布于颗粒内,连通性较差。

(3)晶间孔隙:由于晶体在生长及堆积过程中易受外界环境干扰,以致晶体间常发育大量缝隙^[22]。扫描电镜下发现本区晶间孔主要有高岭石晶间孔、绿泥石晶间孔、球粪状黄铁矿晶间孔以及云母片晶间孔等(图4c、d、e、f),这些晶间缝隙宽介于278~811 nm之间,面孔率4.43%,孔隙率2.04%,边缘平整,连通性相对较好。

2.3.2 有机孔隙

有机孔隙主要是发育在有机质内的粒内孔隙,呈圆状-次圆状、气泡状,二维空间上孔隙间彼此并不连通,但在三维空间来看,有机质孔是彼此连通的,这结论已经被证实^[20]。从成熟度角度来看,当

$R_o \geq 0.6\%$ 时,干酪根开始达到生油门限,有机质孔隙才开始发育。由于研究区须五段泥质岩热演化程度总体较低, R_o 介于0.83%~1.53%,平均为1.19%,与川南龙马溪组海相页岩相比较,其有机孔隙不甚发育,主要为纳米级孔隙,发育于有机质间和有机质内,呈蜂窝状、线状、串珠状、气泡状等^[23],其孔直径主要在5 nm~2 μm之间,平均为200 nm,孔隙率1.51%,面孔率4.33%,按IUPAC划分标准,其多属中、大孔范围(图4g)。

2.3.3 微裂缝

研究区须五段钻井岩心中泥质岩可见许多微裂缝,主要有黏土矿物脱水收缩缝、有机质热演化缝以及成岩构造缝等。镜下可见微裂缝主要存在于晶间和晶内,在有机质中也较常见(图4h、i),裂缝呈明显的锯齿弯曲状,且多具较好延伸性,长度多在200

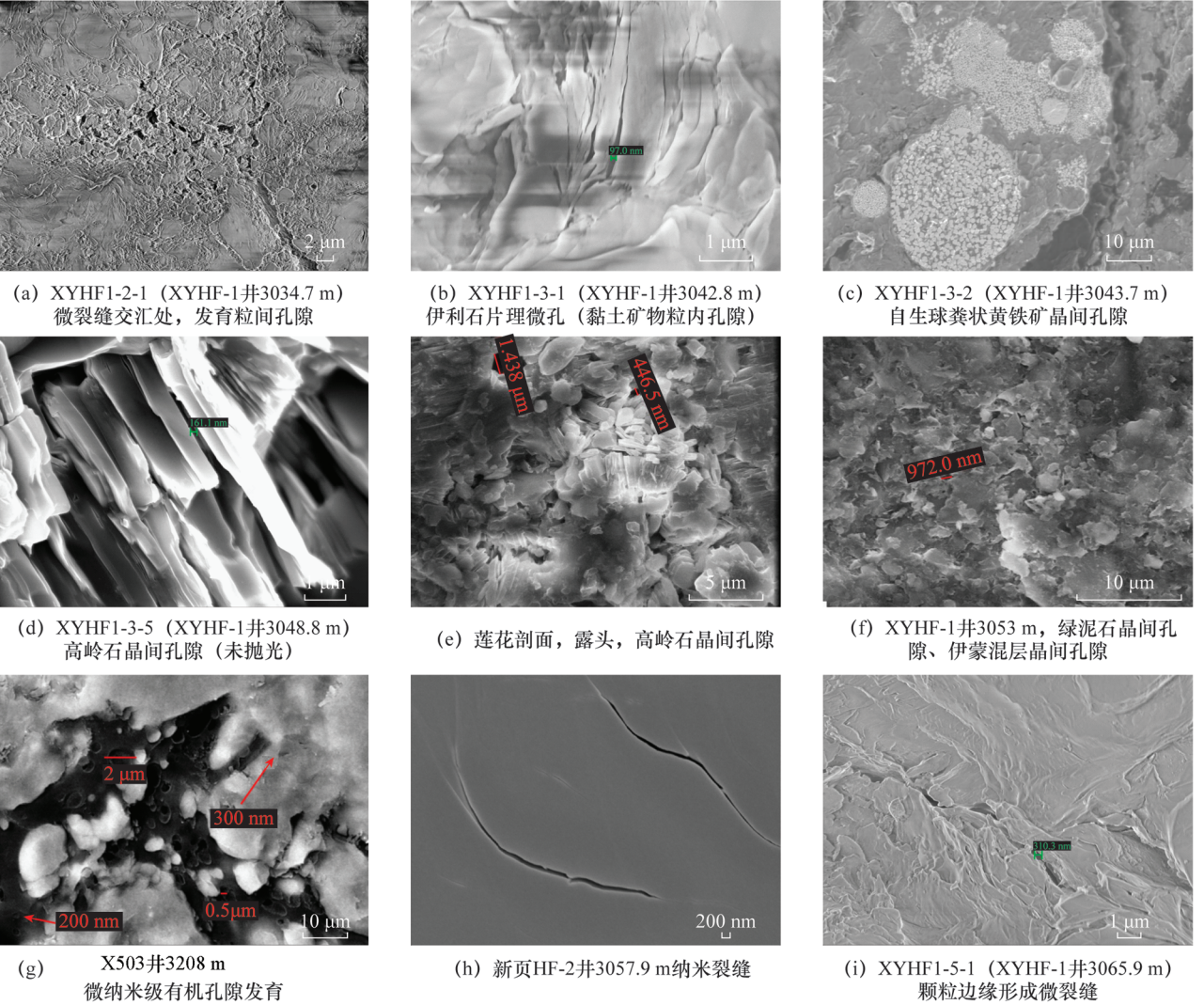


图4 须五段泥质岩氩离子抛光及场发射扫描电镜图
Fig.4 AIP-FESEM analysis of argillaceous rocks in the 5th Member of Xujiache Formation

μm,宽度在 50 ~ 200 nm 之间,面孔率 2. 27% ,孔隙率 1. 67%。宏观尺度裂缝的形成主要与岩石脆性、有机质生烃、地层孔隙压力、差异水平压力、断裂和褶皱和黏土矿物脱水收缩等因素相关,而微观尺度张力测试的模拟则在一定程度上反映了微裂缝受制于矿物的结晶作用。虽然有些泥岩储层中微裂缝被杂基胶结,但研究表明,即使被胶结物充填,这些微裂缝仍然对后期压裂诱导裂缝的延伸起到了促进作用。

总体上,须五段泥质岩微观孔隙类型中以矿物基质孔粒间孔隙、晶间孔最发育,有机孔隙、微裂缝次之,粒内孔隙最不发育。这与氮气吸附法、核磁共振分析得出的孔隙类型、孔径大小结论基本一致,但亦有差异,其原因是由于氩离子抛光及场发射扫描电镜所观察的切片视野较小,只能反映样品的局部现象,并不能代表样品的全貌,而前述两种方法能把握样品宏观特征,但对局部微观信息表征较差。

3 微观孔隙参数对比

由图像孔隙识别软件 ImageJ2x 在扫描电镜图像中识别出的孔隙率主要分布在 1. 31% ~ 2. 04% 之间,孔径大小为几十纳米到几百纳米(甚至几千纳米),无法识别出小于 2 nm 的微孔隙,考虑到扫描电镜目镜视野较小,仅反映样品中局部信息,不能代表整个样品的物性条件,更何况在图像孔隙识别时,二值化阈值的设定受主观因素影响过大,以致大量微孔隙无法识别^[8]。因而认为,扫描电镜法在表征微观孔隙形态与类别时有其优势,但定量表征孔

隙参数时,偏差较大,可结合氮气吸附法来定量表征微孔隙孔径大小。

岩样核磁共振测定孔隙度的原理是通过标定孔隙中饱和水的氢离子信号强弱来反映孔隙大小,在不受岩石骨架影响的情况下,能够更精细反映岩石的物性条件,若再结合离心机实验,可定量识别出束缚水饱和度和可动水饱和度^[19]。由表 1 可知,须五段泥质岩孔隙度以核磁共振方法测定的最大,主要介于 2. 3% ~ 7. 4% 之间,覆压法、氦气法和酒精法测量孔隙度的相对偏小,究其原因 是覆压法、氦气法和酒精法都是以流体克服微喉道的毛细管力来实现测量,这必然导致更小的、孤立的孔隙无法表征出来,以致测量的结果存在偏差,尤其对于泥质岩微纳米级孔隙,偏差更为明显。核磁共振测量的须五段泥质岩的可动水饱和度普遍很小,主要介于 4. 54% ~ 17. 12% 之间,反映其孔隙连通性很差,与覆压法、氦气法、酒精法测量的特低渗透率(覆压法 0. 0002319 ~ 0. 0094827 mD) 有较好的对应关系,表明这些孔隙基本不具备渗流能力,微孔仅起到储集作用,渗流能力依赖于微裂缝的发育。

综上所述,针对须五段泥质岩微观孔隙结构的复杂性,可综合利用氮气吸附法定量表征其孔径大小;用核磁共振方法定量计算孔隙度与可动流体饱和度;用高精度的氩离子抛光及场发射扫描电镜表征其孔隙形态及类别,以实现更精细地描述泥质岩微观孔隙的结构特征。

表 1 须五段泥质岩储层特征参数统计

Table 1 The reservoir characteristics statistics of mud shale in Xu 5

测量方法	分析项目	XYHF1 - 2 - 1	XYHF1 - 3 - 1	XYHF1 - 3 - 2	XYHF1 - 3 - 5	XYHF1 - 3 - 6	XYHF1 - 5 - 1
		(碳质泥岩)	(碳质泥岩)	(碳质泥岩)	(泥岩)	(泥岩)	(砂质泥岩)
		取样深度 3034. 7 m	取样深度 3042. 8 m	取样深度 3043. 7 m	取样深度 3048. 8 m	取样深度 3051. 5 m	取样深度 3065. 9 m
氮气吸附法	比表面(m ² /g)	10. 2	11	6. 27	1. 44	1. 95	2. 17
	总孔容(cm ³ /g)	0. 0204	0. 0206	0. 013	0. 0056	0. 0062	0. 00777
	平均孔直径(nm)	8. 03	7. 48	8. 3	15. 6	12. 7	14. 3
核磁共振法	孔隙度(%)	6. 8	7. 2	7. 4	2. 3	3. 9	3. 6
	束缚水饱和度(%)	93. 72	94. 11	95. 46	82. 88	80. 85	88. 51
	可动水饱和度(%)	6. 28	5. 89	4. 54	17. 12	19. 15	11. 49
	可动流体饱和度(%)	6. 28	5. 89	4. 54	17. 12	19. 15	11. 49
覆压法	孔隙度(%)	5. 837	5. 521	5. 445	2. 683	2. 288	2. 161
	脉冲渗透率(mD)	0. 000508	0. 0006062	0. 0094827	0. 000577	0. 0008933	0. 0002319
氦气法	孔隙度(%)	6. 0	-	4. 7	1. 9	8. 9	-
	压降渗透率(mD)	0. 0000077	-	0. 0000102	0. 0000196	0. 0000157	-
酒精法	孔隙度(%)	5. 31	6. 35	6. 5	2. 07	2. 4	1. 44
	渗透率(mD)	-	-	-	0. 012	0. 011	0. 01

注:覆压孔渗测试的围压 10342. 1355 kPa,测试压力 6894. 757 kPa;“-”表示样碎无法测量或没有该分析项目。

4 结论

本文基于多种技术手段对川西须五段泥质岩储层孔隙结构进行了研究,结果表明氩离子抛光及场发射扫描电镜在表征微观孔隙形态与类别时有一定优势,但在结合图像识别软件 Image J2x 进行孔隙识别时,二值化阈值的设定受主观因素影响较大,表征结果存在偏差,建议综合利用氮气吸附法定量计算其孔径大小,用核磁共振方法定量计算孔隙度与可动流体饱和度,用氩离子抛光及场发射扫描电镜定性表征其孔隙形态及类别。通过整合三种技术手段能更精确、更全面地反映泥质岩孔隙结构特征,从而为后续气藏评价及资源量计算提供地质依据,值得推广应用。

5 参考文献

- [1] 杨巍,薛莲花,唐俊,等. 页岩孔隙度测量实验方法分析与评价[J]. 沉积学报,2015,33(6):1258-1264.
Yang W, Xue L H, Tang J, et al. Analysis and evaluation of different measuring methods for shale porosity [J]. Acta Sedimentologica Sinica, 2015, 33(6): 1258-1264.
- [2] 杨峰,宁正福,胡昌蓬,等. 页岩储层微观孔隙结构特征[J]. 石油学报,2013,34(2):301-311.
Yang F, Ning Z F, Hu C P, et al. Characterization of microscopic pore structures in shale reservoirs [J]. Acta Petrolei Sinica, 2013, 34(2): 301-311.
- [3] 王玉满,董大忠,杨桦,等. 川南下志留统龙马溪组页岩储集空间定量表征[J]. 中国科学(地球科学), 2014, 44(6): 1348-1356.
Wang Y M, Dong D Z, Yang H, et al. Quantitative characterization of reservoir space in the Lower Silurian Longmaxi Shale, Southern Sichuan [J]. Scientia Sinica Terrae, 2014, 44(6): 1348-1356.
- [4] 邹才能,董大忠,王社教,等. 中国页岩气形成机理、地质特征与资源潜力[J]. 石油勘探与开发,2010,37(6):641-653.
Zou C N, Dong D Z, Wang S J. Geological characteristics, formation mechanism and resource potential of shale gas in China [J]. Petroleum Exploration and Development, 2010, 37(6): 641-653.
- [5] 牛露,朱如凯,王莉森,等. 华北地区北部中—上元古届泥页岩储层特征及页岩气资源潜力[J]. 石油学报, 2015, 36(6): 664-672.
Niu L, Zhu R K, Wang L S, et al. Characteristics and evaluation of the Meso-Neoproterozoic shale gas reservoir in the Northern North China [J]. Acta Petrolei Sinica, 2015, 36(6): 664-672.

- [6] 马勇,钟宁宁,程礼军,等. 渝东南两套富有机质页岩的孔隙结构特征——来自 FIB-SEM 的新启示[J]. 石油实验地质,2015,37(1):109-116.
Ma Y, Zhong N N, Cheng L J, et al. Pore structure of two organic-rich shales in Southeastern Chongqing area: Insight from focused ion beam scanning electron microscope (FIB-SEM) [J]. Petroleum Geology & Experiment, 2015, 37(1): 109-116.
- [7] 李娟,于炳松,夏响华,等. 黔西北地区上二叠统龙潭组泥页岩储层特征[J]. 地学前缘,2015,22(1): 301-311.
Li J, Yu B S, Xia X H, et al. The characteristics of the Upper Permian shale reservoir in the Northwest of Guizhou Province, China [J]. Earth Science Frontiers, 2015, 22(1): 301-311.
- [8] 黄家国,许开明,郭少斌,等. 基于 SEM、NMR 和 X-CT 的页岩储层孔隙结构综合研究[J]. 现代地质, 2015, 29(1): 198-205.
Huang J G, Xu K M, Guo S B, et al. Comprehensive study on pore structures of shale reservoirs based on SEM, NMR and X-CT [J]. Geoscience, 2015, 29(1): 198-205.
- [9] 白斌,朱如凯,吴松涛,等. 非常规油气致密储层微观孔喉结构表征新技术及意义[J]. 中国石油勘探, 2014, 19(3): 78-86.
Bai B, Zhu R K, Wu S T, et al. New micro-throat characterization techniques for unconventional tight hydrocarbon reservoir [J]. China Petroleum Exploration, 2014, 19(3): 78-86.
- [10] Guo Y C, Pang X Q, Chen D X, et al. Evaluation of Upper Triassic T3x5 source rocks (Western Sichuan depression, Sichuan basin) and their hydrocarbon generation and expulsion characteristics; Implication for tight-sand gas and shale gas accumulation potential assessment [J]. Natural Resources Research, 2013, 22(2): 163-177.
- [11] 周闻达,王莹,鲍征宇,等. 等温吸附法在页岩孔隙结构测试中的应用[J]. 科技通报,2015,31(1): 12-18.
Zhou W D, Wang Y, Bao Z Y, et al. The application of isotherm adsorption in measuring the shale pore structure [J]. Bulletin of Science and Technology, 2015, 31(1): 12-18.
- [12] 杨峰,宁正福,孔德涛,等. 高压压汞法和氮气吸附法分析页岩孔隙结构[J]. 天然气地球科学,2013,24(3):450-455.
Yang F, Ning Z F, Kong D T, et al. Pore structure of shales from high pressure mercury injection and nitrogen adsorption method [J]. Natural Gas Geoscience, 2013, 24

- (3):450-455.
- [13] 孙君昌,陈静平,杨正明,等.页岩储层岩芯核磁共振响应特征实验研究[J].科技导报,2012,30(14):25-29.
Sun J C, Chen J P, Yang Z M, et al. Experimental study of the NMR characteristics of shale reservoir rock[J]. Science & Technology Review, 2012, 30(14): 25-29.
- [14] 肖秋生,朱巨义.岩样核磁共振分析方法及其在油田勘探中的应用[J].石油实验地质,2009,31(1):97-100.
Xiao Q S, Zhu J Y. Analysis method of rock NMR and its application in oil field exploration [J]. Petroleum Geology & Experiment, 2009, 31(1): 97-100.
- [15] 杨峰,宁正福,张世栋,等.基于氮气吸附实验的页岩孔隙结构表征[J].天然气工业,2013,33(4):135-140.
Yang F, Ning Z F, Zhang S D, et al. Characterization of pore structures in shales through nitrogen adsorption experiment[J]. Natural Science, 2013, 33(4): 135-140.
- [16] 黄磊,申维.页岩气储层孔隙发育特征及主控因素分析:以上扬子地区龙马溪组为例[J].地学前缘,2015,22(1):374-385.
Huang L, Shen W. Characteristics and controlling factors of the formation of pores of a shale gas reservoirs: A case study from Longmaxi Formation of the Upper Yangtze region China[J]. Earth Science Frontiers, 2015, 22(1): 374-385.
- [17] 赵佩,李贤庆,田兴旺,等.川南地区龙马溪组页岩气储层微孔隙结构特征[J].天然气地球科学,2014,25(6):947-956.
Zhao P, Li X Q, Tian X W, et al. Study on micropore structure characteristics of Longmaxi Formation shale gas reservoirs in the Southern Sichuan Basin [J]. Natural Gas Geoscience, 2014, 25(6): 947-956.
- [18] 杨超,张金川,唐玄.鄂尔多斯盆地陆相页岩微观孔隙类型及对页岩气储渗的影响[J].地学前缘,2013,20(4):240-250.
Yang C, Zhang J C, Tang X. Microscopic pore types and its impact on the storage and permeability of continental shale gas in the Ordos Basin [J]. Earth Science Frontiers, 2013, 20(4): 240-250.
- [19] 王振华,陈刚,李书恒,等.核磁共振岩心实验分析在低孔渗储层评价中的应用[J].石油实验地质,2014,36(6):773-778.
Wang Z H, Chen G, Li S H, et al. Application of NMR core experimental analysis in evaluation of low-porosity and low-permeability sandstone reservoirs[J]. Petroleum Geology & Experiment, 2014, 36(6): 773-778.
- [20] 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.
Yu B S. Classification and characterization of gas shale pore system[J]. Earth Science Frontiers, 2013, 20(4): 211-220.
- [21] 韩双彪,张金川, Horsfield B, 等.页岩气储层孔隙类型及特征研究:以渝东南下古生界为例[J].地学前缘,2013,20(3):247-253.
Han S B, Zhang J C, Horsfield B, et al. Pore types and characteristics of shale gas reservoir: A case study of lower paleozoic shale in Southeast Chongqing [J]. Earth Science Frontiers, 2013, 20(3): 247-253.
- [22] 王香增,高胜利,高潮.鄂尔多斯盆地南部中生界陆相页岩气地质特征[J].石油勘探与开发,2014,41(3):35-41.
Wang X Z, Gao S L, Gao C. Geological features of mesozoic continental shale gas in South of Ordos Basin, NW China [J]. Petroleum Exploration and Development, 2014, 41(3): 35-41.
- [23] 王亮,陈云燕,刘玉霞.川东南彭水地区龙马溪组页岩孔隙结构特征[J].中国石油勘探,2014,19(5):80-88.
Wang L, Chen Y Y, Liu Y X. Shale porous structural characteristics of Longmaxi Formation in Pengshui area of Southeast Sichuan Basin [J]. China Petroleum Exploration, 2014, 19(5): 80-88.

Investigation of Pore Structure of a Argillaceous Rocks Reservoir in the 5th Member of Xujiahe Formation in Western Sichuan, Using NAM, NMR and AIP-FESEM

PANG He-qing¹, ZENG Yan², LIU Cheng-chuan¹, LI Hua-ji¹, PENG Jun³, YAN Huan-rong¹, CHEN Jun¹

(1. Exploration and Production Research Institute, SINOPEC Southwest Oil & Gas Company, Chengdu 610041, China;
2. Department of Development & Management, SINOPEC Southwest Oil & Gas Company, Chengdu 610041, China;
3. School of Resources and Environment, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, China)

Highlights:

- Investigation of micro pore structure of mudstone using NAM, NMR and AIP-FESEM.
- The pore types of mudstone were qualitatively observed by AIP-FESEM.
- The size of mudstone's pore size was quantitatively characterized by NAM.
- The porosity and movable fluid saturation were quantitatively calculated by NMR.

Abstract: Micropore is the effective reservoir for argillaceous rocks, and its structure parameter is the important parameter for the evaluation of gas reservoir and the estimation of the amount of resources. The Nitrogen Adsorption Method (NAM), Nuclear Magnetic Resonance (NMR), and Argon Ionization-Field Emission Scanning Electron Microscopy (AIP-FESEM) were used to analyze micropore characteristics of argillaceous rocks in the 5th Member of Xujiahe Formation of western Sichuan. The results show that: (1) AIP-FESEM has unparalleled advantages in characterizing the morphology and classification of microscopic pores. However, when it was used to quantify the pore parameter, the deviation of results is large, due to the threshold of image binarization. Therefore, it should be combined with the nitrogen adsorption method to quantify its pore size (in Fig. 4). (2) As NMR is less affected by the rock skeleton, it can reflect physical properties of the rock more finely. However, the pore shape is poorly reflected by this technique (in Fig. 3). (3) Based on the three methods, a certain amount of nanometer scale pore can be identified in the 5th Member of Xujiahe Formation. The pores are mostly several tens of nanometers to several hundred nanometers which have poor porosity of 2.3% – 7.4% (in Table 1). The intergranular pores and intercrystalline pores of argillaceous rocks are the most developed, organic pores and micro-cracks are secondary, and the granule pores least developed. In general, the combination of three techniques can reflect the structural characteristics of argillaceous rocks more accurately and comprehensively, and obtain more perfect pore structure parameters, which has wide application prospects in the quantitative characterization of pore structure of argillaceous rocks.

Key words: argillaceous rocks; micropore structure; Nitrogen Adsorption Method; Nuclear Magnetic Resonance; Argon Ionization-Field Emission Scanning Electron Microscopy

