

文章编号: 1000-0747(2015)03-0294-06 DOI: 10.11698/PED.2015.03.05

松辽盆地南部白垩系致密油微观赋存特征

公言杰^{1,2}, 柳少波^{1,2}, 朱如凯^{1,2}, 刘可禹^{1,2,3}, 唐振兴⁴, 姜林^{1,2}

(1. 中国石油勘探开发研究院; 2. 提高石油采收率国家重点实验室; 3. CSIRO Earth Science and Resource Engineering; 4. 中国石油吉林油田公司)

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(973)项目(2014CB239000); 国家“十二五”科技重大专项(2011ZX05001); 中国石油天然气股份有限公司科学研究与技术开发项目(112011A-02x01)

摘要: 建立环境扫描电镜观察与X射线能谱定量测定烃类碳含量相结合的实验方法, 表征松辽盆地南部让字井斜坡白垩系泉头组四段致密油微观赋存特征。对致密油7口典型井17块样品168个测点的观察与分析表明, 致密油主要具有2种赋存形态: 油珠与油膜, 以油膜为主; 具有3类微观赋存空间: 粒间孔、粒内孔和微裂缝, 以粒间孔为主。油膜平面尺寸主要为 $(1\sim5\ \mu\text{m})\times(1\sim5\ \mu\text{m})$, 形状不规则, 以浸染粘连状形态赋存于粒间孔或微裂缝中, 含碳质量百分比主要集中在40%~90%左右; 油珠平面尺寸主要为 $(0.2\sim1.0\ \mu\text{m})\times(0.2\sim1.0\ \mu\text{m})$, 赋存空间相对较小, 含碳质量百分比主要集中在15%~30%左右。储集层类型与孔喉分布控制致密油赋存状态: 由I类到III类储集层, 原油含碳质量百分比及赋存油膜厚度呈逐渐减小趋势, 储集层中值孔喉半径与储集层质量系数控制含碳质量百分比与油膜厚度。图6表1参15

关键词: 松辽盆地南部; 让字井斜坡; 白垩系; 致密油; 微观赋存特征; 环境扫描电镜; X射线能谱

中图分类号: TE122 **文献标识码:** A

Micro-occurrence of Cretaceous tight oil in the southern Songliao Basin, NE China

Gong Yanjie^{1,2}, Liu Shaobo^{1,2}, Zhu Rukai^{1,2}, Liu Keyu^{1,2,3}, Tang Zhenxing⁴, Jiang Lin^{1,2}

(1. PetroChina Research Institute of Petroleum Exploration and Development, Beijing 100083, China; 2. State Key Laboratory of Enhanced Oil Recovery, Beijing 100083, China; 3. CSIRO Earth Science and Resource Engineering, Bentley WA 6112, Australia; 4. PetroChina Jilin Oilfield Company, Songyuan 100083, China)

Abstract: Combined experiment method of Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) was proposed to detect tight oil occurrence in micro- and nano-pores of tight sands. Observation and analysis of 168 measurement points and seventeen samples from seven typical wells shows that the tight oil occurrences in micro- and nano-pores have two main forms: oil film and oil droplet, oil film is the main form. Intra-granular pores, inter-granular pores and micro-fractures are three kinds of micro storage space, mainly inter-granular pores. The oil films in the intra-granular pores and micro-fractures are irregular and adhesive, and the size is about $(1\sim5\ \mu\text{m})\times(1\sim5\ \mu\text{m})$, the carbon mass percentage of oil films are mainly 40%~90%. The size of oil droplets is $(0.2\sim1.0\ \mu\text{m})\times(0.2\sim1.0\ \mu\text{m})$, with relatively small occurrence space. The carbon mass percentage of oil droplets are mainly 15%~30%. Reservoir types and distribution of pores control tight oil occurrence. The carbon contents and thicknesses of oil film decrease from type I to type III reservoir. The carbon mass percentage and thicknesses are also controlled by the median pore throat radius and reservoir quality coefficient.

Key words: southern Songliao Basin; Rangzijing slope zone; Cretaceous; tight oil; micro occurrence characteristics; Environmental Scanning Electron Microscope; Energy Dispersive Spectroscopy

0 引言

国内外学者在致密储集层微观结构表征方面开展了大量有效的探索性研究, 普遍认为微米—纳米级孔喉是致密储集层中原油的重要赋存空间^[1-6]。致密储集层储集空间特征决定致密油赋存状态与常规原油具有很大差别^[7]。有效表征致密油在微米—纳米级孔喉中的赋存形态、赋存空间对致密油评价具有重要意义。

国内外学者对原油赋存的相关研究主要针对宏观油水关系^[8]、光学电镜下的原油荧光特征、沥青和烃类分子赋存^[9-10]等方面, 微米—纳米级孔喉中原油赋存形式、形态及其主要赋存空间等方面未见研究, 且常规光学电镜、扫描电镜等方法^[11-12]的分辨率也无法满足微米—纳米级孔喉系统中原油观察需求。

观测致密储集层微观孔喉系统中原油赋存状态难度很大, 主要原因在于: ①致密油聚集空间为微米—

纳米级孔隙，从微米级孔隙至纳米级孔喉，原油分布趋向于更加隐蔽、分散、复杂；②致密储集层岩心在取样研究过程中，钻井取心样品往往因为搁置时间久而导致原油挥发，赋存状态被破坏；③孔喉系统中原油在观察过程中极易挥发、不易识别。本文建立环境扫描电镜观察与 X 射线能谱定量测定烃类碳含量相结合的实验方法，研究松辽盆地南部让字井斜坡白垩系泉头组四段致密油微观赋存特征。场发射环境扫描电镜最高可放大 40 000~100 000 倍，可清晰观察储集层中发育的微米—纳米级孔喉；实验选取直径为 0.5 cm 的新鲜样品，采用低真空模式观测，有效保证观测岩心样品烃类不散失，结合能谱仪测定样品碳含量，可识别微米—纳米级孔喉内部或表面的原油赋存状态。

1 实验方法与样品

1.1 实验方法

通过大量实验探索与分析，建立了表征致密油微观赋存形态的环境扫描电镜观察与能谱定量扫描烃类碳含量相结合的实验方法。环境扫描电镜低真空模式下可观察微米—纳米级孔喉形貌和内部流体特征，而 X 射线能谱仪可利用不同元素 X 射线光子能量不同的特征定量测定烃类的碳含量以进行成分分析，一般可探测 1 至几微米范围内的碳含量^[13]。测量仪器采用配备能谱仪的 Quanta400 场发射环境扫描电镜，实验过程中采用环境低真空模式，样品室压力 10 Pa、工作距离 5 mm、工作电压 15 kV、电子束斑大小 4.5 nm（对应

束流值为 7 nA）。样品台纵、横向移动范围均为 100 mm，操作温度为室温。能谱仪采用超薄窗口（UTW）探测器，可有效探测原子序数为 4（Be）~92（U）的元素。能谱仪检测质量分数大于 10% 的元素含量的相对误差约为 1%~3%，检测质量分数为 1%~10% 的元素含量的相对误差约为 3%~5%，检测质量分数小于 1% 的元素含量的相对误差大于 50%^[13]。相同元素的峰值与其含量正相关；不同元素间不能简单比较，即具有较高峰值的元素含量不一定比具有较低峰值的元素含量高，因为原子数百分比的计算还与元素灵敏因子有关。以 C 元素为例，假设探测到 C、Si 和 O，则 C 原子数百分比为 C 元素峰面积与 C 元素灵敏因子比值除以探测点所有元素峰面积与各元素灵敏因子比值之和。

实验样品采用普遍含油的岩心样品（1 cm×1 cm），敲取含油新鲜面后迅速置入电镜观察舱内，保证观察过程中烃类不散失。调整相应放大倍数，观察微米—纳米级别孔喉内部或表面赋存的原油。

1.2 实验样品

松辽盆地南部让字井斜坡区白垩系泉头组四段发育致密油，选取 7 口典型致密油井储集层样品进行研究（见图 1）。产油井段取样共 17 个，孔隙度为 2%~10%，空气渗透率为 $(0.04\sim0.70)\times10^{-3}\mu\text{m}^2$ ，属于致密储集层。根据孔渗、孔喉分布数据以及毛管压力曲线，将研究区储集层划分为 3 类，17 个致密岩心样品中，5 个样品为 I 类储集层，2 个样品为 II 类储集层，10 个样品为 III 类储集层（见表 1）。根据含油情况，岩

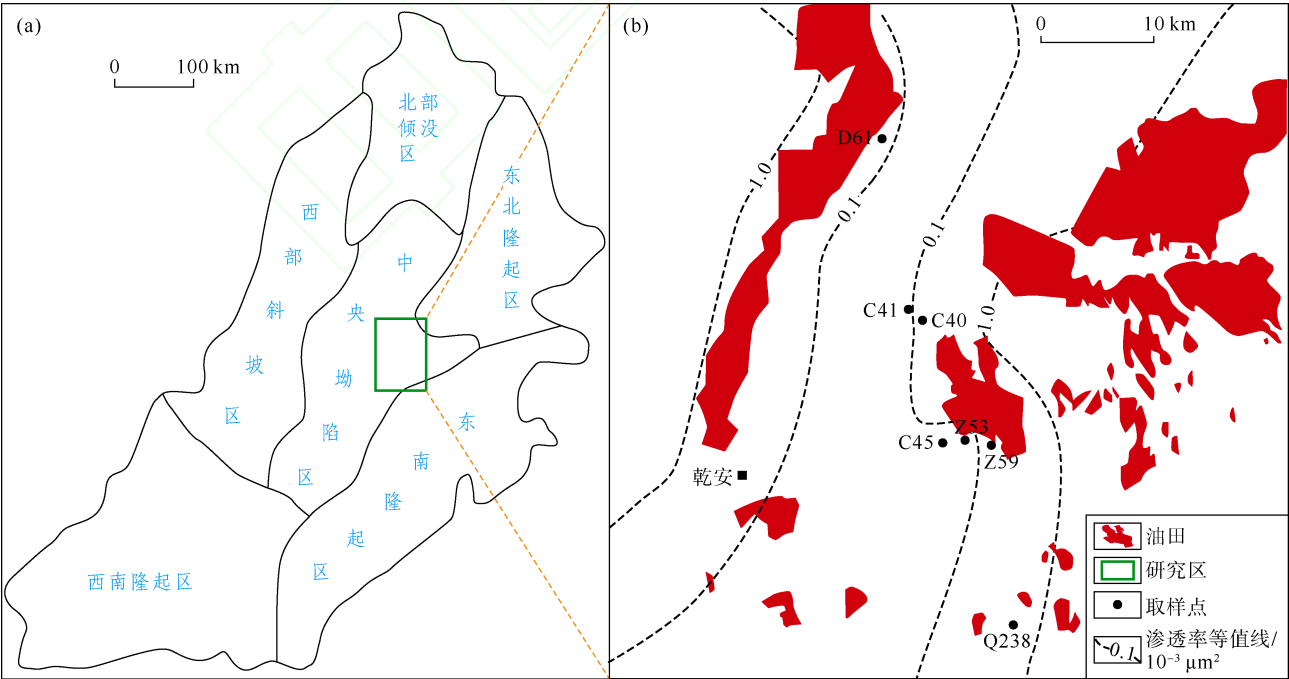


图 1 松辽盆地致密油分布图

表 1 研究区致密油样品统计表

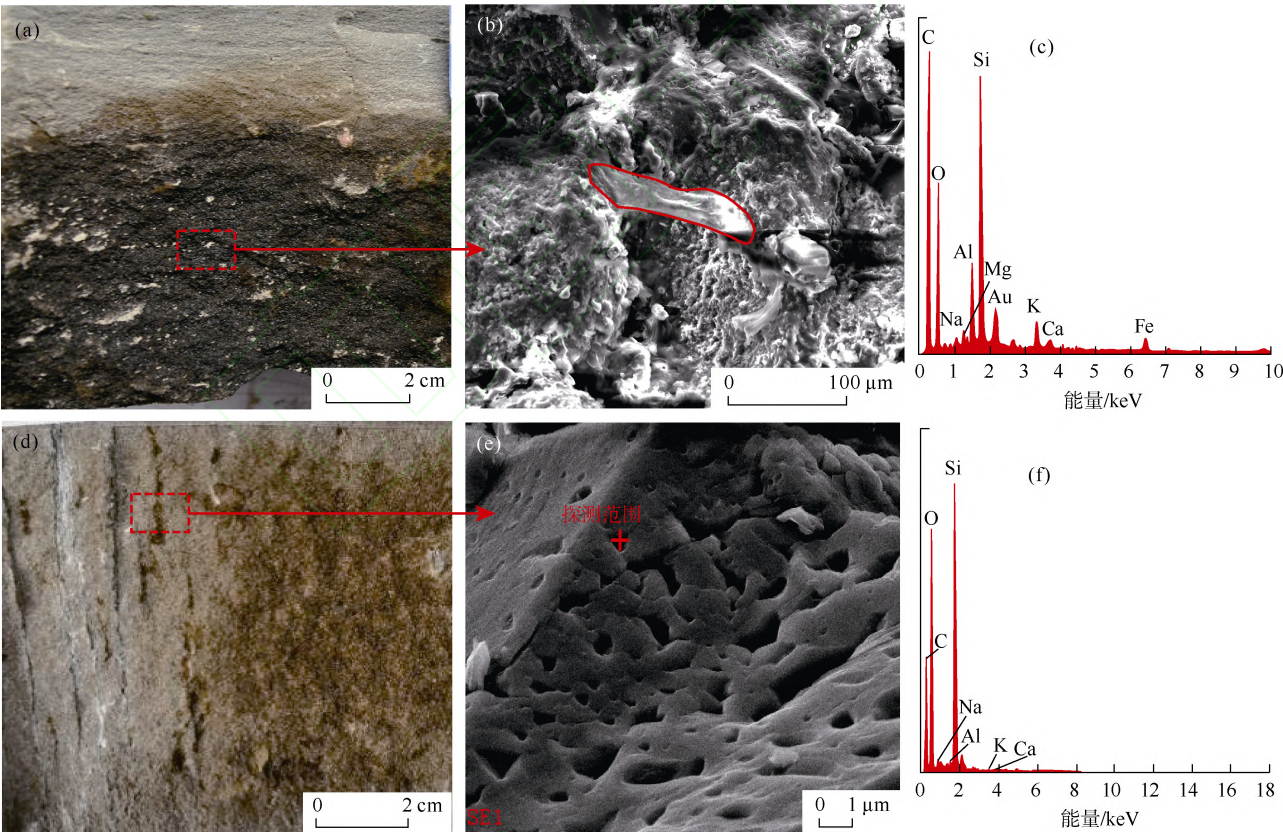
井名	深度/m	孔隙度/%	渗透率/ $10^{-3} \mu\text{m}^2$	中值孔喉半径/nm	储集层级别	岩性	测井综合解释	岩心含油级别
C40	1 869.5	10.5	0.21		I	中砂岩	油水同层	油浸
C40	1 877.7	9.0	0.12		I	中—细砂岩	油水同层	油浸
C41	1 986.2			102	III	灰色泥质粉砂岩	油水同层	油浸
C41	1 988.2			89	III	灰色泥质粉砂岩	油水同层	油迹
C41	1 988.9			30	III	灰色泥质粉砂岩	油水同层	油迹
C45	2 105.4	5.0	0.04	191	III	褐灰色细砂岩	油水同层	油迹
C45	2 110.7	6.0	0.08	150	III	灰色细砂岩	油水同层	油迹
C45	2 118.3	6.5	0.05	280	II	灰色细砂岩	油水同层	油斑
Z53	2 108.6	3.3	0.05	36	III	灰色细砂岩	油水同层	油斑
Z53	2 112.7	4.2	0.08	80	III	灰色细砂岩	油水同层	油斑
Z53	2 114.1	4.9	0.09	45	III	灰色细砂岩	油水同层	荧光
Z53	2 120.4	5.1	0.09	150	II	灰褐色粉砂岩	油水同层	油浸
Z53	2 122.7	3.2	0.08	56	III	灰褐色粉砂岩	油水同层	油斑
Z53	2 126.4	2.1	0.04	26	III	灰色细砂岩	油水同层	荧光
Z59	2 121.0	8.5	0.20	650	I	灰色细砂岩	油水同层	油浸
Q238	1 605.2	10.0	0.70		I	灰褐色粉砂岩	油水同层	油浸
D61	2 059.3			1 365	I	灰色细砂岩	油层	油浸

心含油性划分为油浸、油斑、油迹和荧光 4 个级别。
11 个样品为油浸、油斑，6 个样品为油迹、荧光。

17 个样品、168 个测点的环境扫描电镜实验，认为致密油主要存在 2 种赋存形态：油膜与油珠。如 D61 井样品（2 059.3 m）与 C45 井样品（2 105.4 m）致密油分别以油膜与油珠形式存在（见图 2），其中油膜含碳量明显高于油珠：D61 井样品能谱显示碳原子数百分

2 原油赋存形态与赋存空间

通过松辽盆地南部让字井斜坡区 7 口典型产油井



(a) D61 井，2 059.3 m，岩心照片；(b) D61 井，2 059.3 m，环境扫描电镜下微米级孔隙中油膜赋存特征；(c) D61 井，2 059.3 m，微米级孔隙中油膜能谱图；(d) C45 井，2 105.4 m，岩心照片；(e) C45 井，2 105.4 m，环境扫描电镜下纳米级孔隙中油珠赋存特征；(f) C45 井，2 105.4 m，纳米级孔隙中油珠能谱图

图 2 致密油两种赋存形态

比为 67.72%，质量百分比为 53.66%，而 C45 井样品碳原子数百分比为 39.62%，质量百分比为 27.41%。前者碳原子数百分比是后者的 1.7 倍，质量百分比是后者的 2 倍，表明两者含碳量差距明显；前者岩心普遍含油，具明显油浸特征，含油量较大，而后者岩心含油性显示为油迹，含油量相对较少；前者油膜赋存于被敲开的新鲜粒间孔中，呈不规则粘连长条状，平面尺寸为 $20 \times 100 \mu\text{m}$ ，后者油珠赋存于相对较小的粒内孔中，呈孤立油珠状，平面尺寸为 $500 \times 500 \text{ nm}$ 。

微观上，油膜和油珠两种赋存形态的赋存空间存在差异。油膜主要赋存于粒间孔和微裂缝，油珠主要赋存于粒内孔。图 3 显示油膜赋存空间相对较大，粒间孔平面尺寸主要为 $(1 \sim 5 \mu\text{m}) \times (1 \sim 5 \mu\text{m})$ ，油膜形状不规则，粒间孔或微裂缝的形状控制了油膜的赋存规

模。油膜主要呈浸染粘连状形态赋存于粒间孔或微裂缝中，且由于油在低真空状态下更易挥发，随着观察时间的推移，观察视域内的油膜逐渐变形、移动、缩小甚至消失。大部分油膜的含碳量很高，图 3d—3f 能谱显示碳峰值远远高于其他元素，其元素质量百分比为 50%~90%。相比而言，油珠赋存空间较小，粒内孔平面尺寸主要为 $(0.2 \sim 1.0 \mu\text{m}) \times (0.2 \sim 1.0 \mu\text{m})$ ，油珠发育受控于粒内孔形状。尽管油珠比油膜赋存空间小，但是图 4 电镜照片显示，储集层粒内孔较为发育。图 4a 中石英颗粒溶蚀孔大量发育，同样可以为油珠赋存提供良好空间。由于油珠赋存在较小的粒内孔中，因此比油膜更易挥发，一般状态下很难看到完整形态，主要通过能谱数据进行识别，图 4d—4f 能谱显示粒内孔中油珠碳峰值相对较小，元素质量百分比主要为 15%~30%。

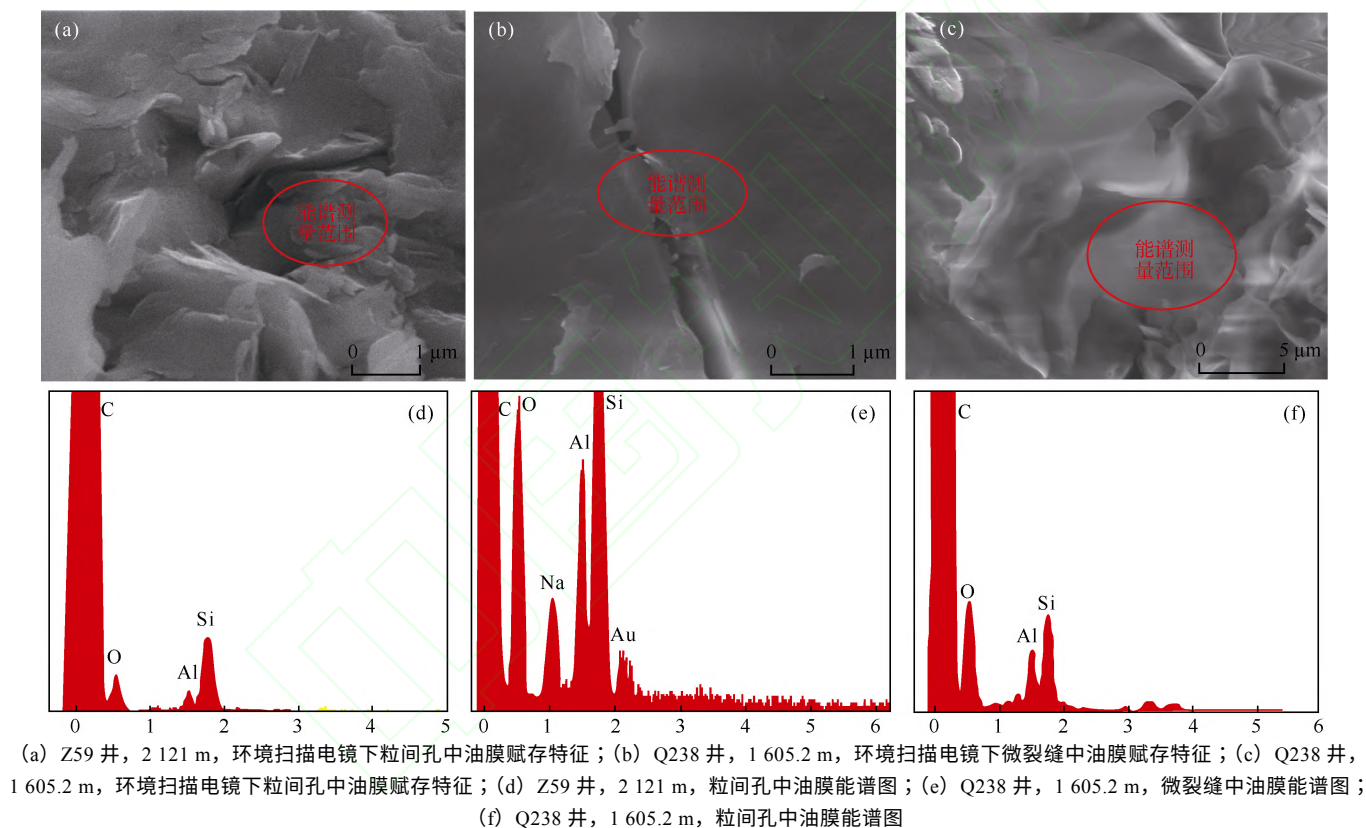


图 3 油膜赋存状态

3 赋存控制因素

储集层类型控制致密油赋存特征。I 类储集层以中砂岩、中细砂岩和细砂岩为主，致密油赋存形式以粒间孔、微缝内油膜为主。II 类储集层岩性主要为粉—细砂岩，致密油赋存形式以粒间孔油膜、粒内孔内油珠为主。III 类储集层岩性主要为粉砂岩，以及部分细砂岩，致密油赋存形式以粒内孔内的油珠为主。

笔者设计了一种计算油膜厚度的方法：①求取场发射环境扫描电镜联测能谱的探测球体范围；②依据能谱数据提供的元素质量百分比与元素原子百分比估算油膜的体积百分比，继而求取探测范围内微米—纳米级孔隙中赋存的原油体积；③计算原油赋存的孔隙表面积作为原油赋存面积，即可求取微米—纳米级孔隙中赋存油膜得平均厚度。

由图 5 可知，I 类储集层与 II 类储集层中原油含

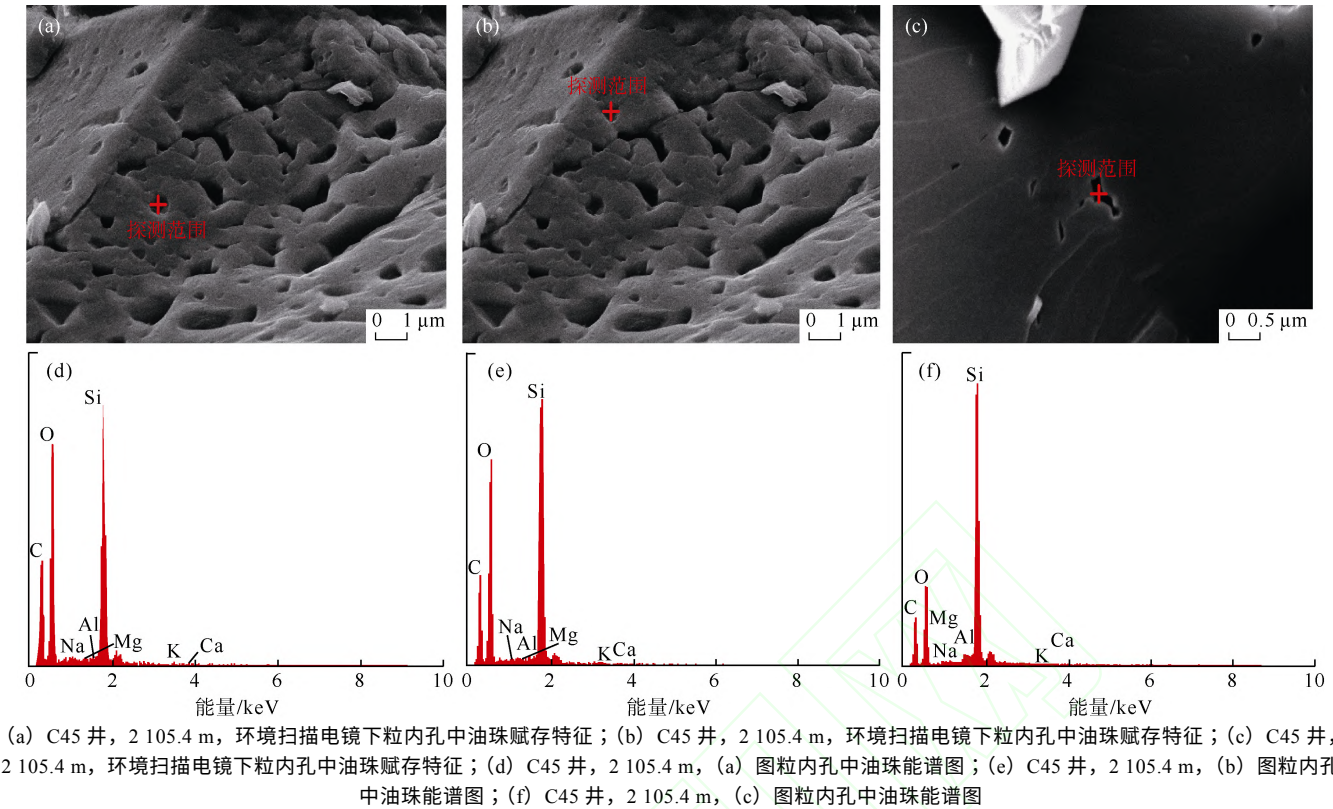


图 4 油珠赋存状态

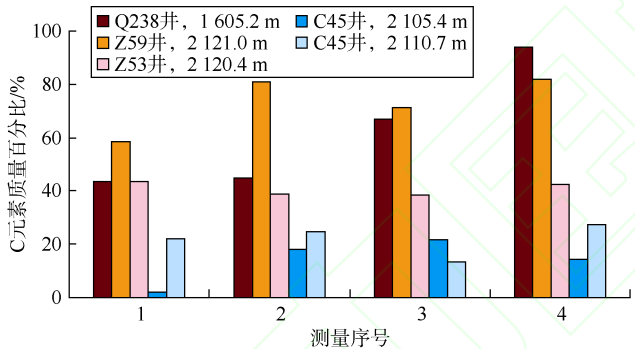


图 5 储集层类型对致密油含油性控制作用

碳量明显高于Ⅲ类储集层。Ⅰ类储集层 Z59 井样品的平均含碳量为 73%，计算得到对应的平均油膜厚度为 1.46 μm ；Ⅱ类储集层 Z53 井样品平均含碳量为 41%，

对应的油膜厚度为 0.69 μm ；Ⅲ类储集层 C45 井样品平均含碳量为 18%，对应的油膜厚度为 0.35 μm 。

样品中值孔喉半径与对应含碳质量百分比呈一定正相关关系（见图 6a）。中值孔喉半径小于 100 nm 的样品含碳质量百分比一般小于 40%，平均 30.86%；中值孔喉半径大于 100 nm 的样品含碳质量百分比一般高于 40%，平均 46.96%。

储集层质量系数 ($I_{\text{rq}} = \sqrt{K/\phi}$ ，其中 K 为渗透率、 ϕ 为孔隙度) 能够较好反映储集层物性特征，17 个样品储集层质量系数集中在 0.09~0.16，表明储集层存在一定的非均质性。储集层质量系数与含碳质量百分比同样呈正相关性（见图 6b）。样品储集层质量系数小于

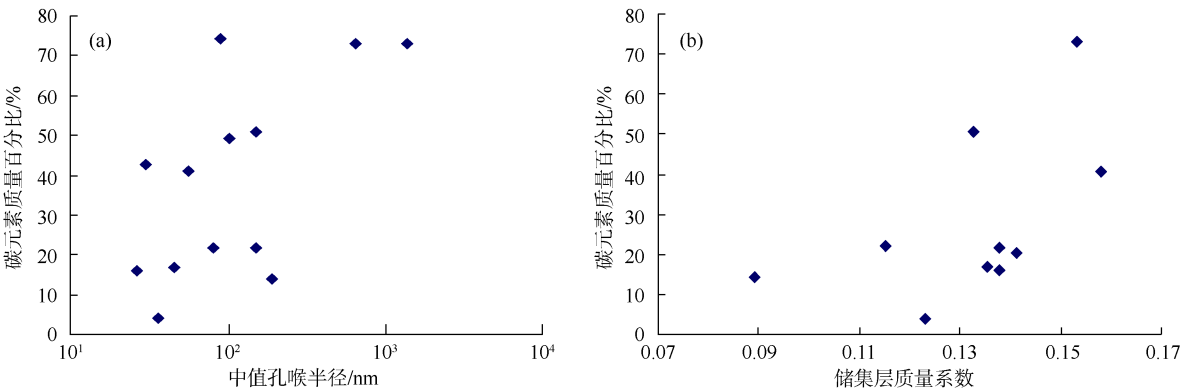


图 6 储集层孔喉分布与质量指数对储集层含油性控制作用

0.14 时, 含碳质量百分比不高于 40%; 储集层质量系数大于 0.14 的样品, 含碳质量百分比高于 40%。

4 结论

松辽盆地南部让字井斜坡区致密油主要具有 2 种赋存形态: 油膜与油珠, 具有 3 类赋存空间: 粒间孔、微裂缝与粒内孔。油膜赋存空间相对较大, 粒间孔或微裂缝的形状控制油膜赋存规模。油珠赋存空间相对较小, 发育受控于粒内孔形状。尽管油珠相对油膜赋存空间小, 但若储集层粒内溶蚀孔较发育, 也可作为油珠赋存提供良好的空间。

储集层类型与物性特征控制致密油赋存特征。I 类储集层以粒间孔、微裂缝内油膜为主, II 类储集层以粒间孔油膜、粒内孔内油珠为主, III 类储集层以粒内孔内油珠为主。由 I 类到 III 类储集层, 其中赋存的油膜厚度及原油含碳质量百分比呈逐渐减小趋势。中值孔喉半径大于 100 nm、储集层质量系数大于 0.14 的样品, 其含碳质量百分比一般高于 40%, 油膜厚度较大。储集层中值孔喉半径与储集层质量系数控制含碳质量百分比与油膜厚度。

通过致密油赋存表征研究, 一方面确定致密储集层微观孔喉系统具有储集油气的能力, 另一方面精细表征了致密储集层微观孔喉系统中原油赋存形态、空间与厚度。根据致密油微观赋存状态、油膜赋存厚度计算致密油样品含油量、含油饱和度, 以及致密油资源评价是今后进一步的研究方向。

致谢: 本次研究得到了中国石油勘探开发研究院邹才能教授、赵孟军教授、袁选俊教授、陶士振教授、华南理工大学张大同教授和中国石油吉林油田公司江涛、邓守伟、杨亮、黄铭志等专家的指导与支持, 在此一并表示感谢!

参考文献:

- [1] 贾承造, 郑民, 张永峰. 中国非常规油气资源与勘探开发前景[J]. 石油勘探与开发, 2012, 39(2): 129-136.
Jia Chengzao, Zheng Min, Zhang Yongfeng. Unconventional hydrocarbon resources in China and the prospect of exploration and development[J]. Petroleum Exploration and Development, 2012, 39(2): 129-136.
- [2] Wang Yang, Zhu Yanming, Chen Shangbin, et al. Characteristics of the nanoscale pore structure in northwestern Hunan shale gas reservoirs using field emission scanning electron microscopy, high-pressure mercury intrusion, and gas adsorption [J]. Energy & Fuels, 2014, 28(2): 945-955.
- [3] 邹才能, 朱如凯, 白斌, 等. 中国油气储层中纳米孔首次发现及其科学价值[J]. 岩石学报, 2011, 27(6): 1857-1864.
Zou Caineng, Zhu Rukai, Bai Bin, et al. First discovery of nano-pore throat in oil and gas reservoir in China and its scientific value[J]. Acta Petrologica Sinica, 2011, 27(6): 1857-1864.
- [4] 邹才能, 杨智, 陶士振, 等. 纳米油气与源储共生型油气聚集[J]. 石油勘探与开发, 2012, 39(1): 13-26.
Zou Caineng, Yang Zhi, Tao Shizhen, et al. Nano-hydrocarbon and the accumulation in coexisting source and reservoir[J]. Petroleum Exploration and Development, 2012, 39(1): 13-26.
- [5] 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, 2012, 39(1): 13-26.
Yang Feng, Ning Zhengfu, Hu Changpeng, et al. Characterization of microscopic pore structures in shale reservoirs[J]. Acta Petrologica Sinica, 2012, 39(1): 13-26.
- [6] 邹才能, 陶士振, 杨智, 等. 中国非常规油气勘探与研究新进展[J]. 矿物岩石地球化学通报, 2012, 31(4): 312-322.
Zou Caineng, Tao Shizhen, Yang Zhi, et al. New advance in unconventional petroleum exploration and research in China[J]. Bulletin of Mineralogy Petrology and Geochemistry, 2012, 31(4): 312-322.
- [7] 邹才能, 陶士振, 侯连华, 等. 非常规油气地质[M]. 2 版. 北京: 地质出版社, 2013: 73-91.
Zou Caineng, Tao Shizhen, Hou Lianhua, et al. Unconventional petroleum geology[M]. 2nd ed. Beijing: Geological Publishing House, 2013.
- [8] 全志刚, 贺清, 赵志刚. 从油气赋存状态分析油气充注能力: 以东海西湖凹陷平湖油气田为例[J]. 中国海上油气, 2011, 23(3): 154-157.
Tong Zhigang, He Qing, Zhao Zhigang. Analyzing hydrocarbon charges from hydrocarbon occurrences: A case of Pinghu oil and gas field in Xihu sag, East China sea[J]. China Offshore Oil and Gas, 2011, 23(3): 154-157.
- [9] 皇甫红英, 姜勇, 阳国进. 塔河四区奥陶系碳酸盐岩原油微观赋存特征[J]. 新疆地质, 2003, 21(4): 495-496.
Huangfu Hongying, Jiang Yong, Yang Guojin. Features of microscopic oil of Ordovician carbonate rock in Tahe-4 district[J]. Xinjiang Geology, 2003, 21(4): 495-496.
- [10] 王劲骥, 潘长春, 姜兰兰. 塔中 4 油田石炭系储层不同赋存态烃类分子和碳同位素对比研究[J]. 地球化学, 2010, 39(5): 479-490.
Wang Jinji, Pan Changchun, Jiang Lanlan. Molecular and carbon isotope correlation of free, adsorbed and inclusion oils from the Carboniferous sandstone in the Tazhong-4 oilfield [J]. Geochimica, 2010, 39(5): 479-490.
- [11] 孙业英. 光学显微分析[M]. 北京: 清华大学出版社, 2003.
Sun Yeying. Optical microscope analysis[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2003.
- [12] 廖乾初. 扫描电镜分析技术与应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 1990.
Liao Qianchu. Scanning electron microscopy analysis technology and application[M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 1990.
- [13] 贾承造, 邹才能, 李建忠, 等. 中国致密油评价标准、主要类型、基本特征及资源前景[J]. 石油学报, 2012, 33(3): 333-350.
Jia Chengzao, Zou Caineng, Li Jianzhong, et al. Assessment criteria, main types, basic features and resource prospects of the tight oil in China[J]. Acta Petrologica Sinica, 2012, 33(3): 333-350.

第一作者简介: 公言杰 (1986-), 男, 山东临沂人, 中国石油勘探开发研究院工程师, 主要从事致密油气成藏与实验技术研究。地址: 北京市海淀区学院路 20 号中国石油勘探开发研究院石油地质实验研究中心, 邮政编码: 100083。E-mail: gongyanjie2008@petrochina.com.cn

收稿日期: 2014-05-30 修回日期: 2015-03-23

(编辑 林敏捷)