

# 深井温湿环境下泥页岩力学特性及微观孔隙结构演化机制

孙路, 凌雪\*, 关东帅, 周琴, 范自立, 刘宝林

(中国地质大学(北京)工程技术学院, 北京 100083)

**摘要:** 微观孔隙结构对页岩油气藏的勘探利用具有重要意义。以松科二井深层泥页岩试样作为研究对象, 进行了热、液作用下的泥页岩力学特性和孔隙变化研究。采用场发射扫描电镜(SEM)、高压压汞、CT扫描等实验方法, 对饱和和加热处理的泥页岩进行了微观孔隙特征对比研究。结果表明: 该泥页岩试样主要孔隙类型包括微裂隙、粒间孔、粒内孔等, 其中发育较多的微纳米缝, 主要尺寸区间为20~400 nm; 饱和湿度、高温加热均会降低泥页岩的孔隙、孔隙率以及渗透率, 且温度越高影响越明显, 饱和试样纳米级孔隙收缩减小, 1~35  $\mu\text{m}$  占比增多, 大于35  $\mu\text{m}$  孔隙占比减少, 内部宏观裂缝被吸水膨胀矿物填充; 加热试样纳米级孔隙向两侧开裂, 40~100 nm孔隙转化为数百纳米甚至微米级孔隙, 1~50  $\mu\text{m}$  孔隙占比增加, 内部宽大裂缝被填充形成细小圆孔裂缝。同时借助计算机软件对CT扫描所获取的泥页岩样品进行三维孔隙模型的重建, 以提供更加清晰、逼真的立体化展示和对泥页岩表面及内部微观孔隙进行定量研究。

**关键词:** 泥页岩; 温度; 湿度; 微观结构; SEM; CT; 深部钻探

**中图分类号:** P634.1; TE21 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-9686(2023)S1-0126-09

## Mechanical properties and microscopic pore structure evolution mechanism of shale under deep well temperature and humidity environment

SUN Lu, LING Xue\*, GUAN Dongshuai, ZHOU Qin, FAN Zili, LIU Baolin

(School of Engineering and Technology, China University of Geosciences (Beijing), Beijing 100083, China)

**Abstract:** Microscopic pore structure is of great significance to the exploration and utilization of shale oil and gas reservoirs. Taking the deep shale samples of Songke No.2 well as the research object, the mechanical properties and pore changes of shale under the action of heat and liquid were studied. The microscopic pore characteristics of saturated and heated shale were compared by means of field emission scanning electron microscopy (SEM), high pressure mercury injection and CT scanning. The results show that the main pore types of the shale samples include micro-cracks, intergranular pores, intragranular pores, etc., among which more micro-nano cracks are produced, and the main size range is 20~400nm. The saturated humidity and high temperature heating will reduce the pore volume, porosity and permeability of shale, and the higher the temperature, the more obvious the effect. The nano-scale pore shrinkage of saturated samples decreases, the proportion of 1 $\mu\text{m}$ —35 $\mu\text{m}$  increases, the proportion of pores larger than 35 $\mu\text{m}$  decreases, and the internal macro-fractures are filled with water-absorbing expansive minerals. The nano-scale pores of the heated sample crack to both sides, and the 40nm—100nm pores are converted into hundreds of nanometers or even micron-scale pores. The proportion of 1 $\mu\text{m}$ —50 $\mu\text{m}$  pores increases, and the internal wide cracks are filled to form small round-hole cracks. At the same time, the three-dimensional pore model of the shale samples obtained by CT scanning is reconstructed by computer software to provide a clearer and more realistic three-dimensional display and quantitative study on the surface and internal micro-pores of shale was carried out.

**Key words:** mud-shale; temperature; humidity; micro-structure; SEM; CT; deep drilling

收稿日期: 2023-05-31; 修回日期: 2023-08-13 DOI: 10.12143/j.ztgc.2023.S1.019

基金项目: 国家自然科学基金资助面上项目“真空无水低功耗条件下碎岩机理研究”(编号: 41672365); 科学技术部国际科技合作专项项目“井下闭环高精度导向钻进技术”(编号: 2006DFB21300)

第一作者: 孙路, 男, 汉族, 2000年生, 机械工程专业, 在职硕士研究生, 北京市海淀区学院路29号, 2102220029@email.cugb.edu.cn。

通信作者: 凌雪, 女, 汉族, 1988年生, 博士, 工程力学专业, 主要从事碎岩机理及井壁稳定性的研究工作, 北京市海淀区学院路29号, lingxue@cugb.edu.cn。

引用格式: 孙路, 凌雪, 关东帅, 等. 深井温湿环境下泥页岩力学特性及微观孔隙结构演化机制[J]. 钻探工程, 2023, 50(S1): 126-134.

SUN Lu, LING Xue, GUAN Dongshuai, et al. Mechanical properties and microscopic pore structure evolution mechanism of shale under deep well temperature and humidity environment[J]. Drilling Engineering, 2023, 50(S1): 126-134.

## 0 引言

随着人类对矿产资源的需求不断提升,深部矿床以及页岩气等非常规油气的勘探和开采已成为满足能源需求及增加经济收益的主要途径。储存在泥页岩中的页岩气多以游离态或吸附态的形式存在,泥页岩所具有的大比表面积和发达的孔隙结构使其也成为页岩气良好的储层<sup>[1-3]</sup>。泥页岩的基质孔隙网络由纳米级至微米级的多种孔隙组成,这些孔隙和天然裂缝共同形成渗流网络,泥页岩所产生的页岩气经由这些渗流网络流动诱导裂缝中<sup>[4]</sup>。然而随着深部钻探工程的发展,对在钻井液侵蚀以及较高温度环境下深部的泥页岩的微观孔隙结构特征变化研究具有重要意义<sup>[5]</sup>。泥页岩具有微孔隙多,渗透率底的特点,因此其微观孔隙结构特征的研究对油气藏的勘探利用具有重要意义。

目前,国内外研究人员已经对泥页岩微观孔隙结构开展了大量的研究工作,Javad pour<sup>[6]</sup>首次利用了原子力显微镜(AFM)对泥页岩中微纳米孔隙进行了无损检测,并重新构建了其三维形貌和孔隙网络图像。Wang等<sup>[7]</sup>利用扫描电镜观测了泥页岩的微观孔隙结构,同时利用CT无损检测重新构建其特征模型。此外高压压汞(MIP)的方法由于其测量孔径范围宽,可通过孔径分布、比表面积、孔体积之间的关系来总结泥页岩各类型微孔隙的孔径分布规律。对于泥页岩孔隙类型的划分,主要以孔隙尺寸,孔隙形态,成型诱因以及孔隙发育4个方面进行区分。Loucks等<sup>[8]</sup>对泥页岩试样进行了扫描电镜观测实验,将页岩内部孔隙类型划分为:微孔(孔径 $\geq 0.75 \mu\text{m}$ )和纳米孔(孔径 $< 0.75 \mu\text{m}$ ),大多数纳米孔位于有机质颗粒中,也有部分存在于在平行层理,丝状,富有机质层中颗粒较好的基质中。Milner等<sup>[9]</sup>利用二次电子结合背散射扫描电镜研究了4种非常规页岩气储层中除有机质所容纳的孔隙以外的孔隙类型、基质结构及成分对有机质分布和孔隙度的影响。

在温、湿度耦合作用下,不同种类岩石宏观力学特性及微观结构变化的方面,国内外学者对此开展了相关研究。杨阳<sup>[10]</sup>对不同种类岩石在不同负温条件下的变化特征进行了分析,结果显示由于岩石基质和冰介质的收缩和微裂纹形核扩展,各种岩石试样的单轴抗压强度和抗拉强度均有所降低。Saad等<sup>[11]</sup>对多种岩石进行了冻融循环损伤研究,研究结

果表明:具有低渗透性和高动态弹性模量的岩石由于毛细吸力和孔隙冰冻胀,更容易产生冻融损伤和破坏。李波波等<sup>[12]</sup>研究了煤岩含水率与孔隙压力对其变形特性的影响,煤岩的径向应变与轴向应变均随孔隙压力增大而减小。李瑞<sup>[13]</sup>通过热膨胀系数理论,对岩石的力学参数特性随温度变化规律进行了研究,结果表明:岩石孔隙度对热膨胀系数影响可忽略不计,而不同种类岩石其热膨胀系数主要受体积模量影响。

目前,人们对温湿下的深部岩体的宏观力学性能已经有了初步的了解,但对深部岩石内部微观孔隙结构特征仍不清楚,随着钻深增加,一方面地下温度进一步升高,泥页岩微观孔隙结构会发生变化,另一方面泥页岩微结构变化极为复杂,使用一种微观孔隙观测方法难以完整表征,因此需要通过不同的实验方法对跨尺度孔隙结构进行分析。本文进行了热、液作用下泥页岩微观孔隙结构实验研究,通过CT无损检测技术对泥页岩试样进行扫描,重新构建微米级以上孔隙结构的三维模型;利用压汞实验分析泥页岩中孔隙尺寸为亚微米至微米级,其孔喉变化特征以及孔径分布规律;利用扫描电镜成像获取泥页岩不同类型微观孔隙结构图像,分析温湿耦合作用下的泥页岩孔隙结构变化规律,为深部页岩气储层的评价和开采提供了依据。

## 1 实验方法

### 1.1 实验材料

本次研究的泥页岩材料取自中国大陆科学钻探松科二井地下5012、5447、5663 m泥页岩地层,样品实物如图1所示。

通过力学性能测试实验得到的数据集分析计算



(a) 饱和, 5447m处 (b) 100°C, 5012m处 (c) 200°C, 5663m处

图1 松科二井泥页岩样品

可以得到试样的抗压强度等力学参数,实验结果见表1。

表1 泥页岩试样力学性能测试实验结果

| 试样   | 质量/g  | 直径/mm | 高度/mm | 密度/(g·m <sup>-3</sup> ) | 压缩强度/MPa | 弹性模量/GPa | 泊松比  | 脆性系数/% |
|------|-------|-------|-------|-------------------------|----------|----------|------|--------|
| 原始   | 68.21 | 24.87 | 55.20 | 2.54                    | 42.83    | 3.14     | 0.33 | 29.29  |
| 100℃ | 70.29 | 24.91 | 55.20 | 2.61                    | 28.86    | 2.80     | 0.33 | 26.86  |
| 200℃ | 69.76 | 24.88 | 55.02 | 2.62                    | 25.88    | 2.61     | 0.33 | 25.50  |

## 1.2 实验方案及仪器

本次实验使用的是中国科学院力学研究所非线性国家重点实验室(The State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics)的Y.CT Modular型CT系统,如图2所示。先对岩样进行切割打磨处理,打磨处理岩样不平度 $<0.05$  mm。处理完成后需将试样放在计算机视野中央,应设置X射线扫描范围和参数,扫描分辨率为 $38\ \mu\text{m}$ ,探测器原件数为2048。每个试样共有1024张二维切片,最后使用三维可视化软件FEI-Avizo进行结果处理。



图2 CT成像测试系统

在原始泥页岩试样完成扫描后,采用箱式电阻炉对岩石样品进行加热处理。加热过程中,温度梯度为 $100\text{℃}$ ,温度上升速率为 $5\text{℃}/\text{min}$ 。对每个样品分别进行加热至 $100\text{℃}$ 、 $200\text{℃}$ ,而后冷却至室温,使用恒温恒湿环境箱对岩石进行养护处理,使其湿度达到饱和,在完成上述步骤后,对相同部位的样品进行了同一分辨率的扫描实验。此次实验能够对比测试样品在加热和饱和前后的孔隙结构差异。

采用SU8020型发射扫描电子显微镜对泥页岩样品表面微观孔隙结构进行研究(图3)。该扫描电镜的主要技术参数包括二次电子分辨率: $1.0\text{ nm}$ (加速电压 $15\text{ kV}$ ,工作距离 $\text{WD}4\text{ mm}$ )、 $1.3\text{ nm}$ (加速电压 $1\text{ kV}$ , $\text{WD}=1.5\text{ mm}$ );观测倍率: $20\sim 800000$ (底片输出); $60\sim 2000000$ (显示器输出);最大装载尺寸为 $100\text{ mm}$ (标准)等。可实现对样品微区的形貌衬度、原子序数衬度、结晶衬度和电位衬度的观测。本实验取 $1\text{ g}$ 泥页岩试样粉末并将其平整均匀

的放置于样品台上,调定实验参数后对试样进行扫描观测,获得泥页岩内部孔隙结构特征。

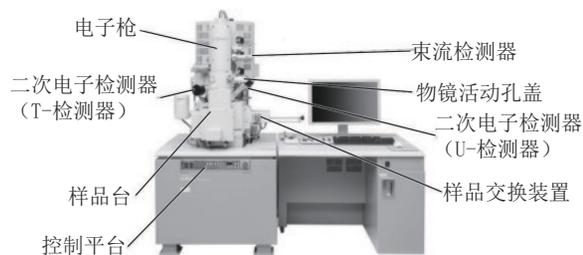


图3 SU8020型扫描电镜

采用AutoPore IV 9510型全自动压汞仪(图4)进行孔隙率测定。取泥页岩试样 $4\text{ g}$ 左右,粉碎至20目以下,然后在 $120\text{℃}$ 下烘干 $2\text{ h}$ ,并进行真空处理,同时保持低压强环境,干燥 $12\text{ h}$ 后放入仪器中进行检验。然后将原始试样分别进行饱和、高温加热 $100\text{℃}$ 和 $200\text{℃}$ 处理,取经过不同处理后的样品各 $4\text{ g}$ 左右,重复上述操作方法,进行高压压汞实验,与未处理试样的实验结果进行对照。



图4 Auto Pore IV 9510型全自动压汞仪

## 2 结果与分析

### 2.1 不同种类孔隙结构特征分析

深部岩石的微观孔隙结构特征主要包括其孔隙种类、尺寸大小、孔径分布规律等。此前国内外学者

对泥页岩储层的表面微观孔隙类型进行了研究和分类<sup>[14-16]</sup>,将孔隙分为粒间孔、粒内孔、微纳米缝和有机孔4种类型。因此本文使用CT检测和发射扫描电镜观察了泥页岩试样的表面及内部微观孔隙结构、类型以及尺寸以后,也按照矿物颗粒孔隙及颗粒间孔隙、粘土矿物层间孔及粒内容蚀孔、片状粘土矿物间孔隙和微纳米缝的不同特点,将该样品的孔隙类型划分为这4种类型。研究结果表明湿度和温度对泥页岩的微观孔隙结构、尺寸及形态特征有重要影响。

图5的微观结构清楚表明了泥页岩矿物颗粒粒间孔形态(图5a、b)、粒内孔特点(图5c、d)、微纳米缝宽(图5e、f、g)、孔隙和裂隙(图5h、i)等特征。其

中松科二井泥页岩可见较多的粘土矿物颗粒之间的间隙(图5a、b),形成原因主要是粘土矿物随着地层埋深和地温增加层间水脱出,粘土矿物边界发生形变<sup>[17-18]</sup>。该类粒间孔形态多呈不规则多边形,同时该类孔径尺寸范围主要分布在50 nm~1 μm区间内,该尺寸、形态的粒间孔可作为页岩气转运的通道之一,粒间孔的各孔隙之间彼此连接,构成联通体系。粒内孔主要分布在片状矿物内部或矿物颗粒内部(图5c、d),孔隙直径较小,主要分布在纳米级至微米级,其中在100~500 nm范围较多,形态多呈不规则状或圆孔状,常伴随裂隙出现,该样品的粒内孔之间连通性差,对储层中页岩气转运能力较差。

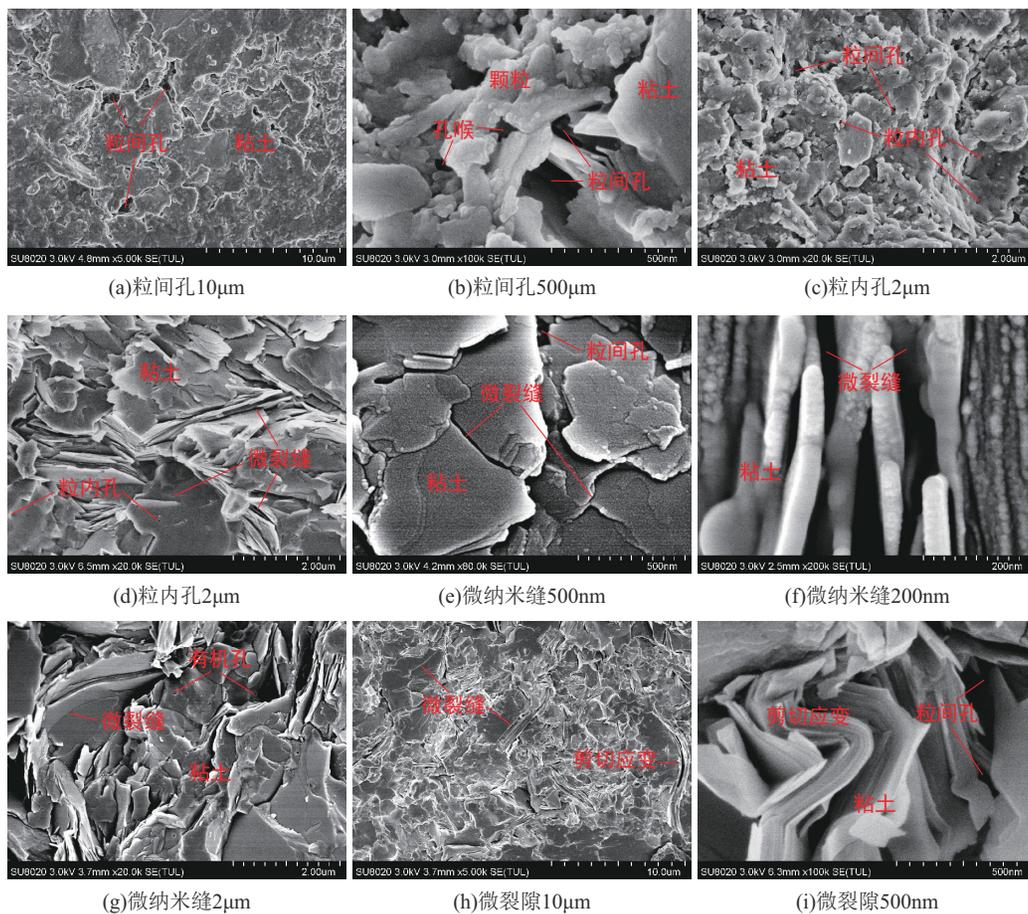


图5 原始泥页岩样品微观孔隙类型及发育特征

该泥页岩中样品中微纳米缝宽20~400 nm(图5e、f、g)。微纳米缝的形态类型较多,主要分为构造微纳米缝和成岩微纳米缝,其中由于泥页岩中脆性矿物受到构造压力产生损伤所形成的微纳米缝宽度较小,为20~50 nm(图5e、h),而不同组分粘土矿物

之间所形成的微裂隙,其宽度尺寸范围在30~400 nm之间(图5f、g),因此处于该尺寸范围的裂缝通常被大量的有机质所填充;由于深部底层的应力作用,粘土矿物发生剪切变形而形成的微裂隙和孔隙结构(图5h、i)。有机质内部的孔隙通常存在有机孔,研

究范围内泥页岩中有机质多夹杂在片状粘土矿物之间,有机孔不发育,孔径一般为纳米级(图5g),孔隙多呈圆形。有机孔被普遍认为是富有机质页岩高一过熟演化阶段形成的,在页岩气富集和迁移中起着重要作用<sup>[19-20]</sup>。

## 2.2 温湿作用孔隙结构变化特征

对比饱和前后及加热前后的岩样SEM图片(图6)可以发现,原始样品中纳米级的微裂隙(图6a)经

过饱和后,粘土矿物发生水化膨胀和分散,裂隙宽度变小,表现出收缩趋势(图6b),而且粘土矿物表面变得更加平整(图6c);而经过高温加热后热应力达到岩石破碎临界点,纳米级尺寸的微裂隙在高温作用下,裂隙进一步向两侧张开,相应的微裂隙尺寸变大,裂隙开裂程度随温度成正比(图6d、e),粘土矿物间填充的有机质消失不见,形成新的微裂隙(图6f)。

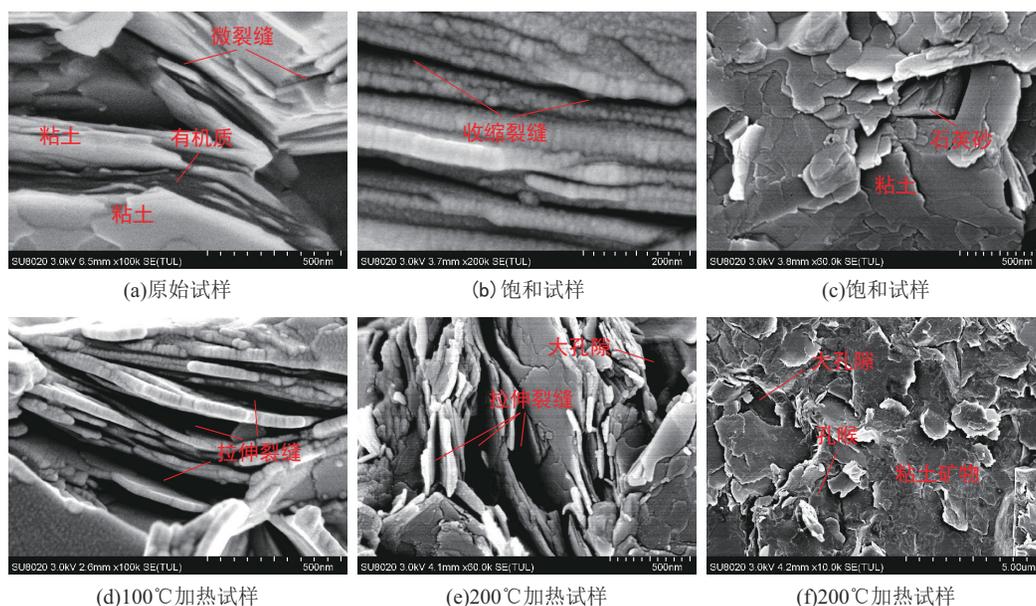


图6 饱和及加热前后页岩样品孔隙特征对比

## 2.3 孔隙分布特征分析

### 2.3.1 湿度对孔隙分布影响

利用高精度的高压压汞实验获得压汞曲线及孔径分布图,通过对曲线图分析计算可以将其转化为泥页岩试样孔喉半径,进而可对深部纳米级孔喉进行定量表征<sup>[21]</sup>。在粘土脱水后将会暴露大量的表面积从而为气体提供吸附介质,因此页岩气的吸附气量与湿度的高低呈负相关,同时湿度也是页岩纳米级孔隙储气能力的关键评价因素<sup>[22]</sup>。图7为饱和试样1高压压汞进退汞曲线及孔径分布曲线,由图7(a)、(b)可知,该样品进汞体积在0~0.04 MPa时迅速增大,在0.04~0.2 MPa时进汞体积增速变缓;而进汞压力>0.2 MPa时,进汞体积变得更为缓慢,一直持续到3 MPa左右,进汞曲线已经平稳,说明试样孔隙尺寸>35 μm的大量发育,而试样中十几微米的孔隙发育较少,几百纳米的可测量孔隙发育很少。由于高压压汞实验精度限制,无法对尺寸级别

更小的纳米孔隙进行跨尺度检测。退汞曲线迅速接近水平,进退汞体积差较小,退汞效率约为11%,表明样品中半封闭的平行板状大孔较多。

对比饱和前后累计进汞体积可以发现,随着粘土矿物吸水膨胀,孔喉变小,总进汞体积减小了约42.74%,进汞增量的差异主要发生在尺寸>40 μm的大孔,孔径<10 μm后,进汞量不再增加。由图7(c)可以看出,样品饱和之前,在500 nm左右,孔隙总面积达到最大值;饱和之后,总孔面积在300 nm左右达到最大,为3.357 m<sup>2</sup>/g,减小了约7.83%。由此可见,总进汞体积大幅度减小,而总孔面积变化较小,孔隙形态应多呈狭缝型。温度对泥页岩孔隙结构也有重要影响,相比于饱和样品。

### 2.3.2 温度对孔隙分布影响

温度越高,页岩内部孔隙结构变化越明显<sup>[23]</sup>。如图8(a)、8(b)和图9(a)、9(b)所示,加热试样2、3的累计进退汞量和进汞增量曲线变化趋势与饱和试

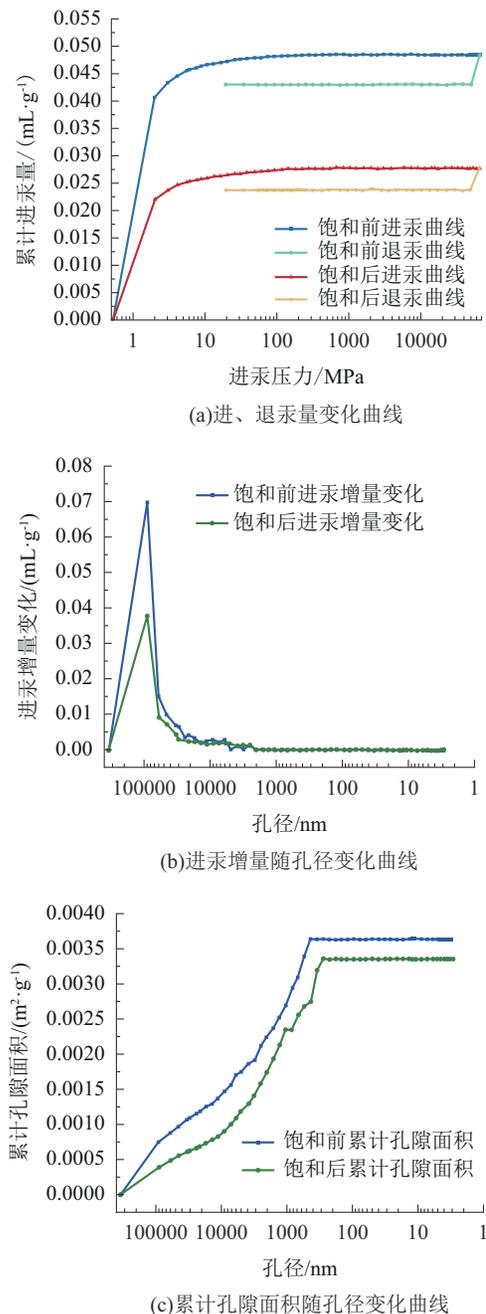


图7 饱和试样1高压压汞进退汞曲线及孔径分布曲线

样1变化趋势相似,进退汞体积差较小,退汞效率在5%~30%之间,半封闭型孔隙较多,样品中孔隙连通性一般。尺寸大小在十几微米以内的孔隙发育的数量较少,而尺寸 $>40\ \mu\text{m}$ 的孔隙发育数量大大增加。将泥页岩试样2加热 $100\ ^\circ\text{C}$ 以后,由累计进汞量及进汞增量可以得出累计进汞体积减小约55.90%,由累计孔隙面积占比变化得出累计进汞面积减小了约82.45%(图8c);将泥页岩试样3加热 $200\ ^\circ\text{C}$ 以后,累计进汞体积减小约初始的37.61%,累计进汞面积

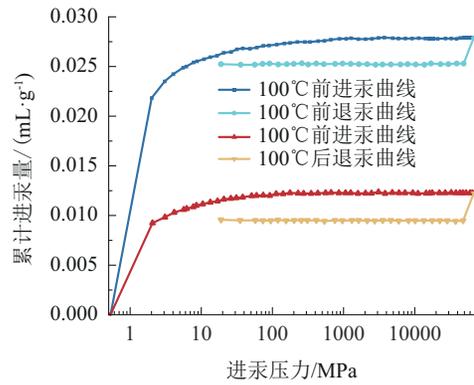
面积减小约为原来6.46%(图9c);而进汞的最小孔径也发生相应变化,加热 $100\ ^\circ\text{C}$ 由初始的 $70\ \text{nm}$ 增大至 $600\ \text{nm}$ ,加热 $200\ ^\circ\text{C}$ 时由初始的 $40\ \text{nm}$ 增大至 $1.5\ \mu\text{m}$ 。由对比分析可见,泥页岩样品在压汞实验中,累计进汞面积在不同温度下变化较大,当初试样温度加热至 $200\ ^\circ\text{C}$ 以后,其累计进汞面积已减小至不足原始进汞面积的10%,试样中狭缝型孔隙的数量大大减少。同时试样在受到高温后产生破坏,颗粒间结合力小于热应力,导致了加热后试样中孔隙尺寸范围在 $40\sim 100\ \text{nm}$ 的数量减少,更多的孔隙发育成为数百纳米级以及微米级的大孔隙。

对比分析加热试样前后泥页岩进退汞曲线及孔径分布曲线,泥页岩试样经过 $100$ 、 $200\ ^\circ\text{C}$ 加热前后,进退汞曲线变化趋势均呈现出先向上隆起上、后向下凹陷的两个阶段。进汞增量曲线均在 $10\ \mu\text{m}$ 左右达到最大值,而后随着孔径减小,进汞增量均显著减小,加热前后累计孔隙体积随着孔径减小而增大,其中加热前体积快速增大,在孔径 $<100\ \text{nm}$ 后趋于平稳,加热后,体积随孔径平缓增加,当孔径增加至 $1000\ \text{nm}$ 左右,累计孔隙体积趋于平稳。而当加热试样2、3均加热至其预设温度时,其最大进汞饱和度变化为80%,在压汞实验测试范围内,大量的半封闭型孔隙和开放孔型孔隙发育,同时由于孔隙发育数量增多,体积增大,试样内部的各个孔隙之间连通性也变得更好。

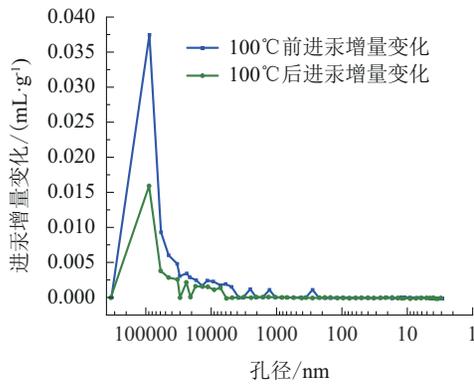
综上所述,压汞测试得到的泥页岩样品孔径在 $1\sim 50\ \mu\text{m}$ 之间大量发育,孔隙类型多为半封闭孔,形态多呈狭缝型。饱和后,岩石孔隙率降低,渗透率受影响最大,降低90%以上, $1\sim 30\ \mu\text{m}$ 孔隙体积增多;温度对泥页岩样品影响更加明显,较大矿物颗粒发生热解碎裂导致纳米级孔隙大量减少,而孔隙大小在 $1\sim 50\ \mu\text{m}$ 的孔隙大量发育,总孔隙率大幅降低。

### 2.3.3 孔隙体积特征

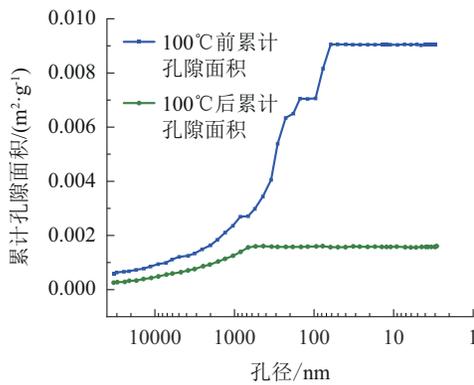
经过饱和、加热处理后泥页岩样品孔径比例统计结果如图10所示,从图中可以看出,养护前后的3块岩样,其中孔径尺寸 $>1\ \text{mm}$ 的孔隙数量占至90%以上,而纳米级的微孔占比不到10%。样品饱和后(图10a),孔径 $>30\ \mu\text{m}$ 的孔隙占比减小,而 $1\sim 30\ \mu\text{m}$ 的孔隙增多,占到42.09%;加热试样2加热 $100\ ^\circ\text{C}$ 后(图10b),大量孔径 $>50\ \mu\text{m}$ 的孔隙受热分解,已经发育的纳米级孔隙数量也减少至初始的30%,介于 $1\sim 40\ \mu\text{m}$ 的孔隙占比增大;在样品加热



(a) 进、退汞量变化曲线



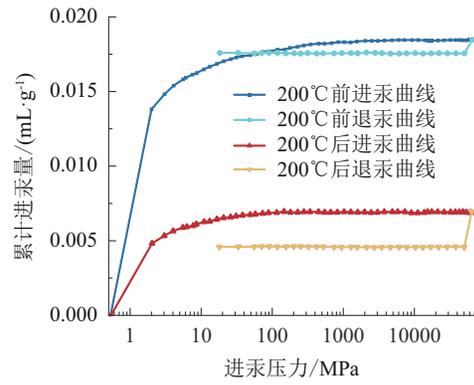
(b) 进汞增量随孔径变化曲线



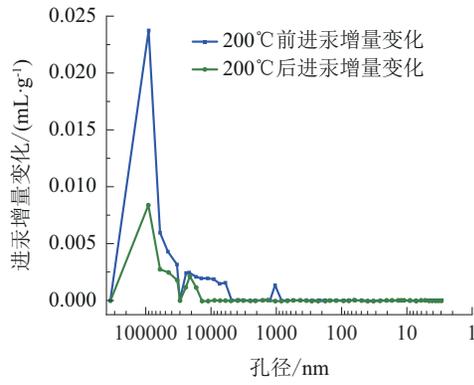
(c) 累计孔隙面积随孔径变化曲线

图8 加热试样2高压压汞进退汞曲线及孔径分布曲线

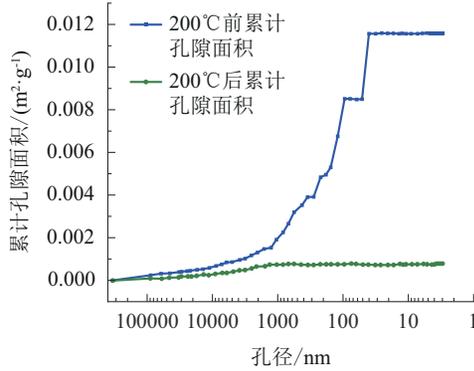
试样3中(图10c),这种现象更加明显,40~900 nm的孔隙均消失,1~50  $\mu\text{m}$ 的孔隙占比上升达到76.43%。分析可知,饱和样品因粘土矿物吸水膨胀,导致大型孔隙变为1~30  $\mu\text{m}$ 的孔,岩石孔隙率和渗透率降低;而经温度处理后的岩样,因矿物颗粒间的热应力,泥页岩中的部分矿物受热分解成更小尺寸的颗粒,这也使得较大尺寸的孔隙被填充成为1~50  $\mu\text{m}$ 的孔隙,同时纳米级孔隙逐渐发育成微米级孔隙,相应的渗透率也会降低,同时这种现象也与



(a) 进、退汞量变化曲线



(b) 进汞增量随孔径变化曲线



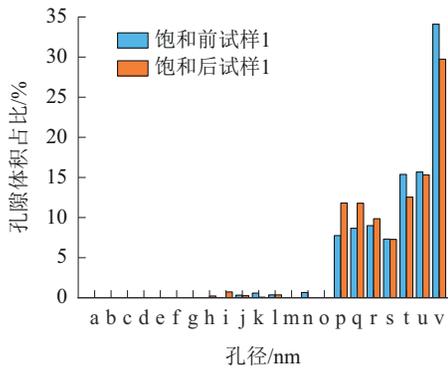
(c) 累计孔隙面积随孔径变化曲线

图9 加热试样3高压压汞进退汞曲线及孔径分布曲线

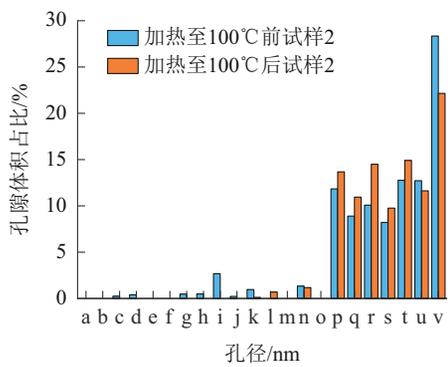
温度成正相关。通过高压压汞法测定泥页岩纳米级孔隙体系受高温影响较为显著,其中大多数孔隙受热分解而变少<sup>[24]</sup>。

## 2.4 泥页岩三维孔隙模型

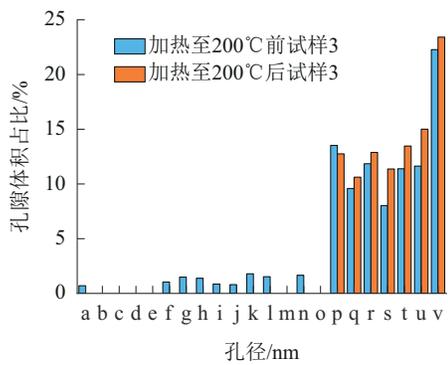
CT扫描技术已经广泛用于岩石微观孔隙研究,其特有的三维立体画面便于更加清楚地认识岩石内部的结构,并且能够清晰准确地展示物体内部的结构构成及损伤缺陷情况<sup>[25]</sup>。图11为3块泥页岩样品处理前后显微CT图像,由原始样品(图11a)



(a)饱和试样1



(b)加热试样2



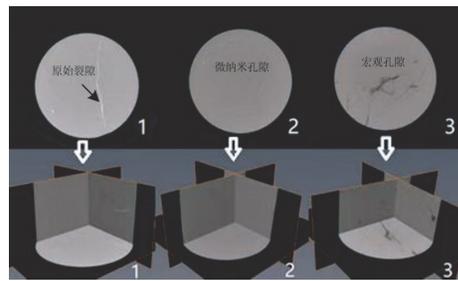
(c)加热试样3

a—40~50; b—50~60; c—60~70; d—70~80; e—80~90; f—90~100; g—100~200; h—200~300; i—300~400; j—400~500; k—500~600; l—600~700; m—700~800; n—800~900; o—900~1000; p—1000~5000; q—5000~10000; r—10000~20000; s—20000~30000; t—30000~40000; u—40000~50000; v—50000~100000

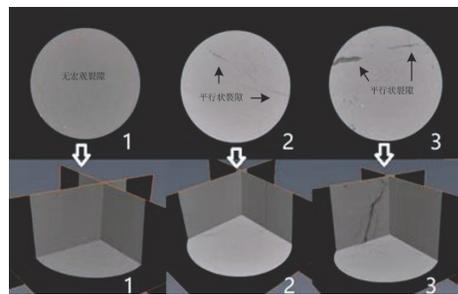
图 10 泥页岩试样不同孔径范围内的孔隙体积占比

可以看出,由一条原始裂隙存在于饱和试样 1 内部,由上至下贯穿整个试样,加热试样 2 内部微纳米级孔隙大量发育,无宏观裂隙,而试样 3 内部孔隙结构较复杂,存在大量宏观孔隙和裂隙。对比饱和及加

热后岩样 CT 图(图 11b)可以发现,饱和后的泥页岩样品中宏观裂隙基本看不见,大量粘土矿物吸水膨胀填充了较大裂隙;而试样 2、3 在加热至 100 °C、200 °C 以后,试样内部均萌生出大量的平形状裂隙,试样 3 中的原始宏观裂隙尺寸减小,而且形状也由宽大狭缝状变为细小圆孔状。如图 11(c)所示,为岩样 3 内部孔隙三维结构图,原始试样中的矿物颗粒受热分解并填充至试样中较大尺寸的裂隙中,进而形成了密集、细小的孔隙,整体孔隙率由 7.48% 降低到 5.98% 左右,孔隙连通性一般,这与压汞测试分析结果相一致。



(a)原始试样CT图像



(b)饱和、加热处理试样CT图像



(c)加热试样3加热前后孔隙结构对比

图 11 处理前后泥页岩孔隙结构空间分布三维重建

### 3 结论

本文通过电子扫描电镜、高压压汞测试和 CT 扫描三维成像技术研究了松科二井地下深部泥页岩的微观孔隙结构特征以及热、液作用下岩石孔隙结构变化规律,得到了以下结论:

(1)泥页岩样品主要发育粒间孔、粒内孔以及微裂隙,有机孔不发育,孔隙直径主要分布在 50 nm~

10  $\mu\text{m}$ , 孔隙连通性一般。其中微纳米缝大量发育, 宽度在20~400 nm之间, 孔隙连通性较好为吸附性较好的页岩气提供了储层空间。

(2) 饱和状态下泥页岩试样孔隙率降低约39.09%, 平均孔径、孔容降低超过40%; 粘土矿物吸水发生水化膨胀和分散, 纳米级微裂隙宽度变小, 表现出收缩趋势, 矿物表面更加平整; 孔喉变小, 总面积变化较小, 孔径范围在1~35  $\mu\text{m}$ 占比增多, 而孔径尺寸>35  $\mu\text{m}$ 孔隙占比减少; 试样内部的原始宏观裂缝在饱和后被吸水膨胀的粘土矿物填充。

(3) 温度对于泥页岩微观孔隙结构的影响更加显著, 且该现象与温度呈相关。样品加热后, 纳米级孔隙向两侧开裂, 开裂程度与温度正相关, 矿物间有机质消失形成新裂缝, 表面变粗糙; 孔隙率, 孔容, 渗透率均随温度升高而降低, 矿物间热应力大于结合力, 40~100 nm孔隙转化数百纳米甚至微米大孔, 狭缝型孔隙大量减少, 1~50  $\mu\text{m}$ 孔隙大量增加; 试样内部受热后产生大量孔隙, 矿物内部颗粒受热分解填充内部原始宽大宏观裂缝, 形成密集细小孔隙。

#### 参考文献:

- [1] Schmoker J W. Resource-assessment perspectives for unconventional gas systems[J]. AAPG bulletin, 2002, 86(11):1993-1999.
- [2] 陈更生, 董大忠, 王世谦, 等. 页岩气藏形成机理与富集规律初探[J]. 天然气工业, 2009, 29(5):17-21.
- [3] 邹才能, 董大忠, 王社教, 等. 中国页岩气形成机理、地质特征及资源潜力[J]. 石油勘探与开发, 2010, 37(6):641-653.
- [4] 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.
- [5] 李红梅, 赵毅, 马振锋, 等. 页岩气储层钻井液损害评价研究[J]. 探矿工程(岩土钻掘工程), 2016, 43(7):107-110.
- [6] Javadpour F. Nanopores and apparent permeability of gas flow in mudrocks (shales and siltstone)[J]. Journal of Canadian Petroleum Technology, 2009, 48(8):16-21.
- [7] Wang Xinzhou, Song Yitao, Wang Xuejun. Simulation of Petroleum Genesis and Expulsion Physical-methods, Mechanism and Application [M]. Dongying: China University of Petroleum Press, 1996
- [8] Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, et al. Morphology, genesis, and distribution of nanometer-scale pores in siliceous mudstones of the Mississippian Barnett Shale[J]. Journal of sedimentary research, 2009, 79(12):848-861.
- [9] M. Milner, R. McLin, J. Petriello. Imaging Texture and Porosity in Mudstones and Shales: Comparison of Secondary and Ion Milled Backscatter SEM Methods[M], 2010
- [10] 杨阳. 低温作用下岩石动态力学性能试验研究[D]. 北京: 中国矿业大学(北京), 2016.
- [11] Saad A, Guédon S, Martineau F. Microstructural weathering of sedimentary rocks by freeze-thaw cycles: experimental study of state and transfer parameters[J]. Comptes Rendus Geoscience, 2010, 342(3):197-203.
- [12] 李波波, 李建华, 杨康, 等. 考虑含水率影响的煤岩变形及渗透率模型[J]. 煤炭学报, 2019, 44(4):1076-1083.
- [13] 李瑞. 基于细观力学的岩石热膨胀特性研究[D]. 北京: 中国地质大学(北京), 2016.
- [14] Slatt R M, 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, 2011, 95(12):2017-2030.
- [15] 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.
- [16] 张海杰, 蒋裕强, 周克明, 等. 页岩气储层孔隙连通性及其对页岩气开发的启示——以四川盆地南部下志留统龙马溪组为例[J]. 天然气工业, 2019, 39(12):22-31.
- [17] Curtis M E, Cardott B J, Sondergeld C H, et al. Development of organic porosity in the Woodford Shale with increasing thermal maturity[J]. International Journal of Coal Geology, 2012, 103:26-31
- [18] 吴忠锐, 何生, 何希鹏, 等. 湘中涟源凹陷上二叠统龙潭组和大隆组海陆过渡相泥页岩孔隙结构特征及对比[J]. 地球科学, 2019, 44(11):3757-3772.
- [19] Ko L T, Ruppel S C, Loucks R G, et al. Pore-types and pore-network evolution in Upper Devonian-Lower Mississippian Woodford and Mississippian Barnett mudstones: Insights from laboratory thermal maturation and organic petrology[J]. International Journal of Coal Geology, 2018, 190:3-28.
- [20] 彭女佳, 何生, 郝芳, 等. 川东南彭水地区五峰组-龙马溪组页岩孔隙结构及差异性[J]. 地球科学, 2017, 42(7):1134-1146.
- [21] 芮响, 王长江, 张凤生, 等. 昭通国家级页岩气示范区页岩气储层微观孔喉表征[J]. 天然气工业, 2021, 41(S1):78-85.
- [22] 张烈辉, 唐洪明, 陈果, 等. 川南下志留统龙马溪组页岩吸附特征及控制因素[J]. 天然气工业, 2014, 34(12):63-69.
- [23] 吴松涛, 朱如凯, 崔京钢, 等. 鄂尔多斯盆地长7湖相泥页岩孔隙演化特征[J]. 石油勘探与开发, 2015(2):167-176.
- [24] 巨明皓, 赖富强, 龚大建, 等. 泥页岩储层脆性评价实验研究——以贵州岑巩地区下寒武统牛蹄塘组泥页岩为例[J]. 四川地质学报, 2019(2):238-243.
- [25] 郝乐伟, 王琪, 唐俊. 储层岩石微观孔隙结构研究方法 with 理论综述[J]. 岩性油气藏, 2013, 25(5):123-128.

(编辑 荐华)