

文章编号: 1001-6112(2011)06-0671-06

油气储层自生伊利石分离 提纯微孔滤膜真空抽滤装置与技术

张有瑜^{1,2}, 罗修泉¹

(1. 中国石油勘探开发研究院, 北京 100083; 2. 中石油盆地构造与油气成藏重点实验室, 北京 100083)

摘要: 自生伊利石分离提纯是砂岩油气储层自生伊利石 K-Ar 同位素测年分析的关键技术之一。关于自生伊利石粘土组分的分离, 国内外大多是采用高速、超高速离心分离技术。与高速、超高速离心分离技术相比, 该文所介绍的微孔滤膜真空抽滤装置与技术具有较为明显的优越性, 如操作简便、速度快、效率高、质量好等。文中介绍了装置构成、连接及使用说明、装置特点暨 5 个方面的技术创新和技术流程, 论述了其分离提纯效率和质量以及应用现状和应用前景。5 项技术创新克服了以往真空抽滤装置与技术的操作繁琐、效率较低、实用性不强等一系列技术难题, 使其可以转化为成型固定设备投入日常生产与科研实验, 为自生伊利石分离提纯开创了一种新途径, 具有非常广阔的应用前景。

关键词: 分离提纯; 微孔滤膜; 真空抽滤; 自生伊利石; 油气储层

中图分类号: TE122.2⁺4

文献标识码: A

A vacuum filtrating device and technique to separate authigenic illites from sandstone reservoirs with microporous membrane

Zhang Youyu^{1,2}, Luo Xiuquan¹

(1. Research Institute of Petroleum Exploration and Development, PetroChina, Beijing 100083, China;

2. Key Laboratory of Basin Structure and Hydrocarbon Accumulation, PetroChina, Beijing 100083, China)

Abstract: The separation of authigenic illite is a key point in the K-Ar dating of authigenic illite in sandstone reservoir. High speed and ultra-high speed centrifuges are used home and abroad. In this paper, a new method using microporous membrane and vacuum filtration is introduced, which is outstanding for easy operation, fast speed, high efficiency and good quality. The device structure, assemblage and operation instruction are illustrated firstly. And secondly, the characteristics or innovations in 5 aspects of the device and the technological procedure are described in details. Finally, the separating efficiency, quality, application situation and prospect of the device and the technique are discussed. Series of technological problems of the elder vacuum filtrating device, such as miscellaneous operation, low efficiency and poor practicality, have been overcome by the 5 innovations. The new device could be developed into formed equipment for daily use and for scientific research and experimentation, providing a new method for authigenic illite separation, and also have a broad potential applicability in the future.

Key words: separating and purifying; microporous membrane; vacuum filtration; authigenic illite; sandstone reservoir

自生伊利石分离提纯是砂岩油气储层自生伊利石 K-Ar 同位素测年分析的关键技术之一, 剔除碎屑钾长石和碎屑伊利石等碎屑含钾矿物杂质并尽量使自生伊利石得到最大程度的富集是其主要目的。从目前来看, 尽量提取较细粒级的粘土组分很可能是实现这一目的的唯一有效途径。粘土分离, 尤其是细粒(小于 0.3, 0.1 μm 或更细)粘土

分离是粘土、粘土矿物、非晶态研究与实验的重要基础工作之一。本文研究的装置与技术为细粒粘土分离提供了一种既切实可行又优质高效的新途径, 已获中国发明专利^[1]。

1 装置组成

图1是本装置的结构示意图, 各部件的名称、

收稿日期: 2011-02-14; 修订日期: 2011-10-28。

作者简介: 张有瑜(1955—), 男, 硕士, 教授级高级工程师, 从事稀有气体同位素质谱分析、K-Ar 测年、Ar-Ar 测年和储层粘土矿物研究。

E-mail: ngms@petrochina.com.cn。

基金项目: 中国石油天然气集团公司“九五”科技工程项目(970206)资助。

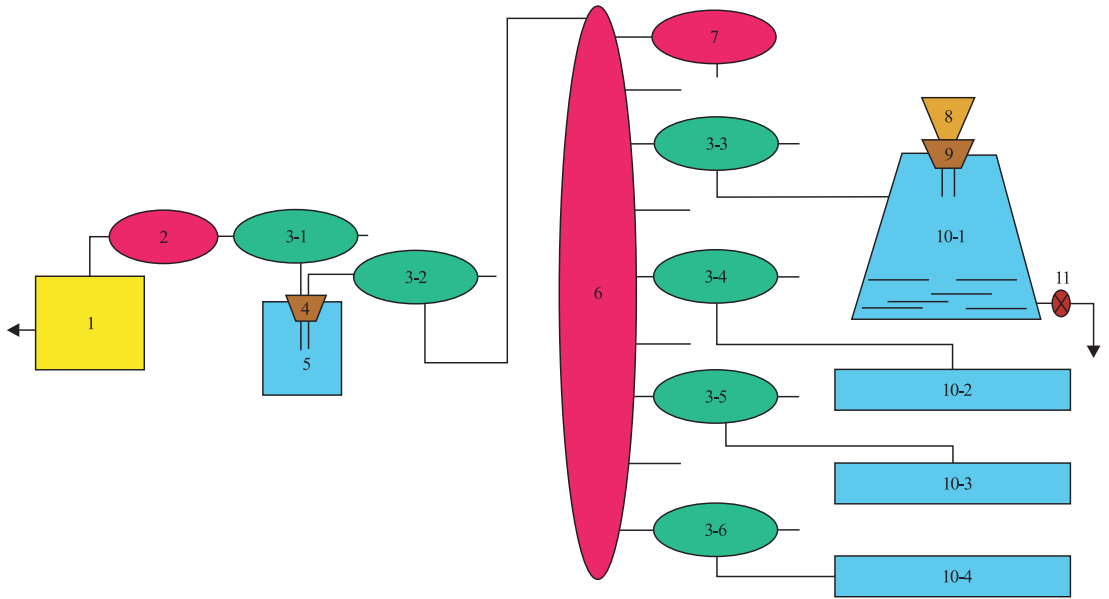


图 1 自生伊利石分离提纯微孔滤膜真空抽滤系统结构示意图

1. 机械真空泵; 2. 电磁隔断放气阀; 3. 三通玻璃阀, 6 个; 4. 胶皮塞, 13 号; 5. 缓冲瓶; 6. 九通电磁阀; 7. 二通玻璃阀;
8. 不锈钢微孔滤膜真空抽滤漏斗; 9. 胶皮塞, 12 号; 10. 双嘴三角抽滤瓶, 4 个, 10-2、10-3、10-4 的构成和连接同 10-1; 11. 止水夹

Fig. 1 Structure of vacuum filtration device for authigenic illite separation with microporous membrane

连接及作用与使用说明如下:

1)机械真空泵;2)电磁隔断放气阀,与机械真空泵共用一个电源开关,同步开启、同步关闭。2 点作用:一是不抽真空时,防止真空泵返油污染系统;二是增加系统的真空密封程度,使真空维持时间加长;3)三通玻璃阀,其中 2 端与系统连接,另 1 端闲置即通大气;4)胶皮塞,13 号,用于缓冲瓶玻璃管与缓冲瓶的连接;5)缓冲瓶,通过 2 根玻璃管和 1 个 13 号胶皮塞与系统连接;6)九通电磁阀,其中的 5 个阀门与系统连接形成 4 个独立的抽滤系统,其中与二通玻璃阀连接的阀门为总阀门,在对系统抽真空

的过程中该总阀门应始终保持在开的状态,另外 4 个阀门备用,也可以换成五通电磁阀。该九通电磁阀应配备总电源开关,对系统抽真空时,首先打开总电源开关,然后再打开控制各独立抽滤系统的电磁阀门的电源开关;7)二通玻璃阀,用于九通电磁阀总阀门的封堵,该二通玻璃阀一端与九通电磁阀的总阀门连接,另一端闲置即通大气,使用过程中通过调节阀门使其始终处于关闭状态;8)不锈钢微孔滤膜真空抽滤漏斗(自行设计、加工制造,详细要求见图 2);9)胶皮塞,12 号,用于不锈钢抽滤漏斗和双嘴三角抽滤瓶之间的真空密封;10)双嘴三角

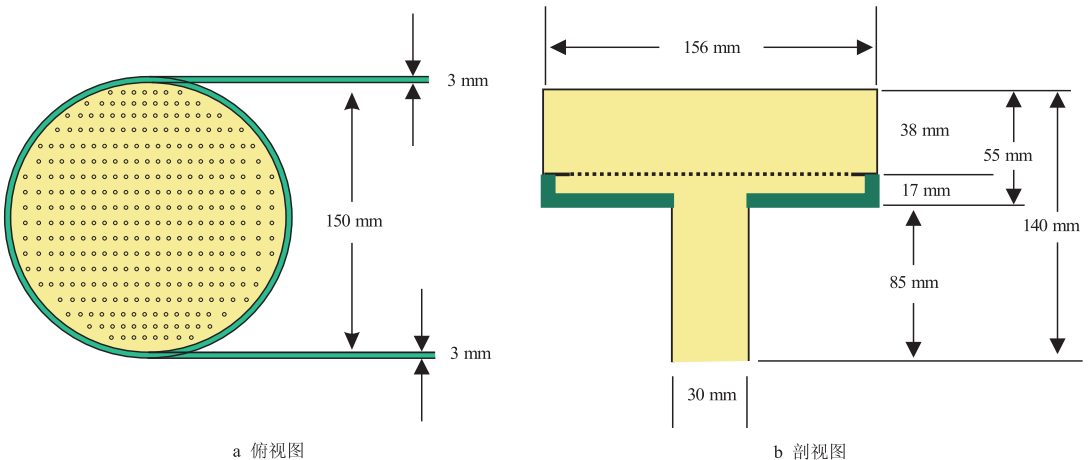


图 2 不锈钢微孔滤膜真空抽滤漏斗的结构示意

1. 不锈钢板厚度:侧壁 3 mm,底板 9 mm,底筒 1.5 mm,滤板 1 mm;2. 滤孔直径,1 mm;3. 滤孔间距,3 mm;
4. 滤板应留出 10 mm 的周边不打孔,即打孔部分的直径为 130 mm;5. 漏斗焊接完成后必须进行真空检漏

Fig. 2 Structure of stainless hopper for vacuum filtration with microporous membrane

抽滤瓶,上抽气嘴与系统连接,下放水嘴连接乳胶管并用止水夹进行封堵;11)止水夹,用于乳胶管封堵,为提高密封程度,可同时使用2个止水夹。

除了上述主要部件以外,本装置还需要以下有关材料和部件:

1)调压器(为九通电磁阀提供24 V直流电源);2)微孔滤膜, Φ (滤膜直径)=150 mm, φ (滤孔直径)分别为0.45,0.3,0.15 μm ;3)玻璃管2根,长度视缓冲瓶而定(用于缓冲瓶与系统的连接);4)增强塑料管若干(用于系统各真空部件之间的连接,即图1中各真空部件之间的连线);5)喉箍5个,型号:16或25(根据需要而定,用于卡紧与九通电磁阀连接的增强塑料管);6)乳胶管若干(与双嘴三角抽滤瓶的下放水嘴连接,用于转移滤液);7)控制台架1个(用于安装真空泵、九通电磁阀电源开关、三通玻璃阀、九通电磁阀等,对材质、式样、规格等均无严格要求,以满足需要如场地、空间、强度等为准);8)其它材料若干(用于固定各真空部件等)。

以上各部件均以满足需要为准,对规格、型号、材质、厂家等均可以根据需要选择。

2 装置特点暨创造性发明

本装置(技术)具有以下5大技术特点暨创造性发明:

(1)在真空泵和缓冲瓶之间引入电磁阀。该电磁阀与机械真空泵共用一个电源开关。打开真空泵时,电磁阀接通,从而对系统抽真空;关闭真空泵时,电磁阀关闭,从而使整个系统保持高度密封状态,既提高了抽滤效率,又可以使真空泵不需要连续不间断的工作,从而减少电力消耗、节省能源并减少实验室噪音。

(2)在缓冲瓶三通玻璃阀与抽滤瓶前端的三通玻璃阀之间引入九通电磁阀。该九通电磁阀的各个通道均具有独立的电源开关,通电时开启,断电时关闭,可以使一台真空泵同时对8个抽滤瓶进行抽真空,从而形成8套独立的真空抽滤系统(理论上讲)。但由于受实验室场地和实验操作人员的工作能力限制,目前只对4个抽滤瓶同时抽真空,即形成4个独立的真空抽滤系统(另外4个阀门闲置,也可以换成五通电磁阀或根据需要确定),从而使抽滤效率提高3倍,既可以同时对4个样品进行分离提纯,也可以利用4个抽滤瓶同时对1个样品进行分离提纯,或同时抽滤同一个粒级,或进行接力抽滤。该九通电磁阀具有以下3个方面的作用:①使4个抽滤瓶互不影响,既可以同时工作,也可

以独立工作;②使抽滤瓶的密封程度大幅度提高;③使抽滤瓶在不抽真空时,也保持高度密封状态,从而使真空维持时间加长,抽滤效率提高。

(3)在九通电磁阀与抽滤瓶之间引入三通玻璃阀门。在抽滤过程中,需要对抽滤瓶进行各种操作,如安装、更换或清洗抽滤漏斗,安装或更换微孔滤膜,转移抽滤瓶中的滤液,清洗抽滤瓶等。在进行这些操作时,可以利用各自的三通玻璃阀门使各自的抽滤瓶(系统)与大气接通,解除真空状态,既可以轻易完成各种操作,还不会对其他的抽滤瓶(系统)产生任何影响。

(4)自行设计、加工制造不锈钢微孔滤膜真空抽滤漏斗。对于本项应用,普通陶瓷抽滤(过滤)漏斗具有2大致缺陷,一是与微孔滤膜之间不容易形成密封或密封程度较低,容易造成粘土微粒从二者之间的缝隙中通过,从而使分离质量难以保证;二是陶瓷滤孔的孔径较大,在抽滤瓶处于负压(真空)状态时,容易造成微孔滤膜破裂,从而使实验失败。普通玻璃沙芯抽滤(过滤)漏斗虽不具有普通陶瓷抽滤(过滤)漏斗所具有的2大致缺陷,但却具有另外2个不同的致命缺陷,一是滤芯孔径过细,抽滤效率太低;二是固定滤芯不容易冲洗干净,容易形成污染,一个漏斗只能用于一个样品。为了满足本项试验的要求,本次研究开发了一种新型不锈钢真空抽滤漏斗。图2是其结构示意图及加工制作要求。该不锈钢真空抽滤漏斗克服了上述2种普通抽滤(过滤)漏斗的所有缺点,平整、光滑、孔径适中($\varphi=1\text{ mm}$),既可以使微孔滤膜与抽滤漏斗之间容易形成并保持良好的密封状态,从而提高抽滤质量和抽滤效率,又可以使微孔滤膜的使用寿命大幅度提高,即便是待抽滤的粘土悬浮液数量较大如20 L以上,也只需一张微孔滤膜。

(5)采用双嘴抽滤瓶并在下抽滤嘴之后加装放水阀(止水夹)。在抽滤过程中,当滤液装满抽滤瓶时,需要将滤液及时转移。如果采用单嘴抽滤瓶,则是非常麻烦。首先需要揭开微孔滤膜释放真空(通大气),然后再取下抽滤漏斗,并将滤液从抽滤瓶中倒出,最后再重新安装抽滤漏斗和微孔滤膜后,才能够继续进行抽滤,既费时又费力且容易造成微孔滤膜、抽滤瓶破碎。此外,还容易使粗粒粘土颗粒落入抽滤瓶,从而影响分离提纯质量。采用双嘴抽滤瓶后,在需要转移滤液时,可以先利用抽滤瓶与九通电磁阀之间的三通玻璃阀门,使抽滤瓶通大气,解除真空状态,然后打开放水阀(止水夹),滤液便会自动地从抽滤瓶中流出。关闭放水阀(止

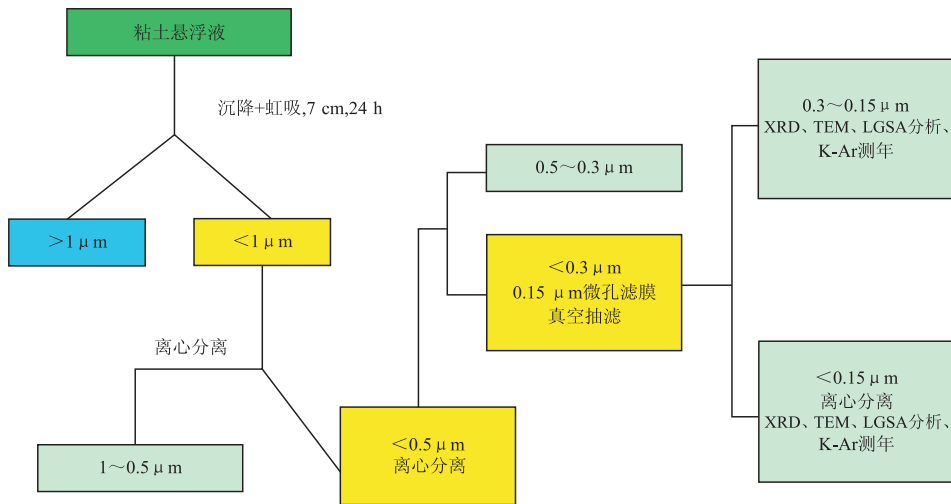


图 3 自生伊利石分离提纯微孔滤膜真空抽滤技术流程

XRD, X 射线衍射; TEM, 透射电镜; LGSA, 激光粒度

Fig. 3 Flow chart of vacuum filtration technique for authigenic illite separation with microporous membrane

水夹)和三通玻璃阀后,便可以继续进行抽滤,既省时又省力,而且既安全又优质、高效。

3 技术流程

图 3 是本装置的技术流程图,概述如下:

第 1 步:采用沉降分离技术,提取小于 $1 \mu\text{m}$ 粘土悬浮液(7 cm, 24 h);第 2、3 步:采用低速离心机(如 LXJ-II, 上海医用分析仪器厂)或高速离心机(如 Sorvall, RC-6 Plus, 美国赛默飞世尔)的低速转子(甩平转子)对小于 $1 \mu\text{m}$ 的粘土悬浮液进行离心分离,分别分离出 $1\sim 0.5 \mu\text{m}$ 和 $0.5\sim 0.3 \mu\text{m}$ 的粘土组分;第 4 步:采用本次研究的微孔滤膜真空抽滤装置,利用 $0.15 \mu\text{m}$ 微孔滤膜对小于 $0.3 \mu\text{m}$ 的粘土悬浮液进行真空抽滤,提取 $0.3\sim 0.15 \mu\text{m}$ 的粘土组分(自生伊利石);第 5 步:采用高速离心机(如 Sorvall, RC-6 Plus, 美国赛默飞世尔)对小于 $0.15 \mu\text{m}$ 的粘土悬浮液进行高速离心分离,提取小于 $0.15 \mu\text{m}$ 的粘土组分(自生伊利石)。

说明:1)第 2、3 步的分离工作也可以采用本次研究的微孔滤膜真空抽滤装置完成。但实践证明,利用低速离心机更加便捷,原因是粒度相对较粗,采用离心分离时,对离心机的转速要求相对较低,需要的离心时间也相对较短。此外,低速离心机的离心容量相对较大($6 \times 250 \text{ mL}$ 或更大),当悬浮液体积不是太大时,利用低速离心机则可以很轻松地完成。

2)抽滤过程中,应及时用 2 cm 宽的油画板刷对粘土样品进行收集,避免因粘土样品累积过多而影响抽滤效果。收集时,应小心仔细,以免将滤膜划破。3)第 5 步分离工作最好是采用高速离心机完成,通过

选择适当的转速和离心时间(与离心容量、离心半径有关,随离心机而异),使所有的细粒组分(小于 $0.15 \mu\text{m}$)全部离心沉淀,既简便又快捷。

4 分离提纯效率与质量

关于细粒(小于 $0.3, 0.1 \mu\text{m}$ 或更细)自生伊利石粘土组分的分离,国内外大多是采用高速、超高速离心分离技术。本次研究的微孔滤膜真空抽滤装置(技术)不论是在分离提纯效率方面还是在分离提纯质量方面均具有较为明显的优越性。

关于本项发明装置的分离提纯效率,可以简单概括为:操作简便、速度快、效率高、简单适用并且设备成本低,具有非常明显的优越性。因为对于储层砂岩来说,小于 $0.3, 0.1 \mu\text{m}$ 或更细的粒级组分含量非常少,其粘土悬浮液的浓度较低,采用高速、超高速离心分离技术提取,既繁琐又费时,劳动强度也相对较大,而且更为重要的是不容易准确控制粒级,尤其是在进行逐级分离时。而采用本项发明的微孔滤膜真空抽滤装置(技术)则可以较为轻松地达到目的,尤其是在需要提取的样品量较多,也即悬浮液体积较大时,本项发明的优越性就更加明显。此外,本项发明可以构成多个独立(目前为 4 个)的抽滤系统,既可以 4 个抽滤系统同时对一个样品的自生伊利石粘土悬浮液进行抽滤(分离提纯),也可以同时对 4 个样品的自生伊利石粘土悬浮液进行抽滤(分离提纯),从而使分离提纯效率成倍(3 倍)提高,大幅度缩短样品分析周期。需要时,还可以对同一个样品的自生伊利石悬浮液(如小于 $1 \mu\text{m}$)进行接力抽滤,同时分别提取不同的粒级组分,如利用其

中的3个抽滤系统,分别用0.45,0.3,0.15 μm 微孔滤膜进行抽滤,便可以分别提取1~0.45,0.45~0.3,0.3~0.15 μm 的组分和小于0.15 μm 的悬浮液。正是因为如此,尽管本实验室配备有2台冷冻、大容量、高速离心机(Sorvall, RC-6 Plus, 16500 rpm, 4×250 mL; 14500 rpm, 6×250 mL; rpm = 转/分钟),但真空抽滤装置的作用仍是不可替代的。

关于分离提纯质量,从理论上讲,应该包括2个方面的含义:一是所提取的粘土组分的粒度应符合要求;二是所提取的粘土组分应最大限度地富集自生伊利石,不含碎屑伊利石和碎屑钾长石等碎屑含钾矿物组分。激光粒度分析(LGSA)表明,利用本项发明装置与技术所提取的粘土组分的粒度分布与理论要求基本一致。激光粒度分析中的 $d(0.1)$ (累计百分比为10%所对应的粒径)和 $d(0.9)$ (累计百分比为90%所对应的粒径)分别为0.132~0.135 μm 和0.256~0.279 μm ,与分离粒级(0.15~0.3 μm)基本一致(表1)。

关于自生伊利石富集程度和是否含有碎屑伊利石和碎屑钾长石等碎屑含钾矿物组分,可能更多的是与样品特征和粘土悬浮液制备技术有关。样品特征和粘土悬浮液制备技术是基础、是前提,分离提纯技术只能是在此基础上发挥作用,二者互为依赖关系,而且样品基础是起决定性的因素。首先,样品中是否含有自生伊利石和含量多少是决定自生伊利石富集程度的最主要因素。道理很简单,如果样品中根本就不含自生伊利石或含量非常少,即便分离提纯技术再先进,也是不可能分离出自生伊利石或使自生伊利石得到较大程度富集。其次,如果样品硬度较大或者过度破碎均会导致很难彻底剔除非粘土碎屑含钾矿物组分。实际工作^[2-6]表明,利用本项发明装置所提取的粘土组分(0.3~0.15 μm 和小于0.15 μm),除个别样品外,基本不含碎屑钾长石(XRD检测限以下,下同);自生伊利石和碎屑伊利石的情况则相对较为复杂,自生伊利石

含量大多在95%以上,有相当一部分为99%~100%,个别含量较低者,主要是因为样品中不含自生伊利石或自生伊利石含量较低,主要为蒙皂石、伊利石/蒙皂石无序间层、高岭石、绿泥石和碎屑伊利石等其它粘土矿物;碎屑伊利石含量绝大多数均在2%~3%以下,并常常是0%,即不含碎屑伊利石,但也有个别样品含量较高,如塔里木盆地古近系、新近系砂岩,这主要是与该砂岩的粘土矿物特征有关,其粘土矿物主要为碎屑成因的变质伊利石(90%以上)和少量绿泥石(10%以下),基本不含自生伊利石。

5 应用现状及前景

微孔滤膜(真空)抽滤装置在化学分析、仪器分析、卫生检验、制药工业和机械制造等行业的液体过滤中广泛采用。由于自生伊利石分离暨粘土分离具有特殊的要求,如目的是为了提取自生伊利石粘土组分,而不是杂质过滤和抽滤过程中需要完成滤液转移、系统清洗等各种操作,普通的抽滤装置不能满足这种要求。胡振铎等^[7]对利用微孔滤膜真空抽滤技术进行自生伊利石分离与提纯进行了试验与研究并获得了较好的应用效果。他们的真空抽滤装置使用单嘴抽滤瓶,利用自行加工的有机玻璃滤板(滤孔直径 $\varphi=1\text{ mm}$)解决陶瓷漏斗滤孔过大问题,并用密封胶圈实现有机玻璃滤板与陶瓷漏斗之间的真空密封。他们的研究开创了利用真空抽滤装置进行自生伊利石分离提纯的先例。本次研究的技术创新是在他们成果基础上的进一步发展提高,克服了以往真空抽滤装置与技术的操作繁琐、效率较低、实用性不强等一系列技术难题,既操作简便、效率较高,又性能可靠、质量较高,并且稳定性强、实用性强,可以作为成型固定设备投入日常生产、科研与实验,为自生伊利石分离暨粘土分离开创了一种既切实可行又优质高效的新途径,具有非常广阔的应用前景。

到目前为止,利用本项发明的微孔滤膜真空抽滤装置和技术已对我国21个含油气盆地或地区,特别是塔里木盆地、四川盆地、鄂尔多斯盆地和松辽盆地等主要砂岩储层进行过自生伊利石分离与提纯,为自生伊利石K-Ar同位素年代测定提供了大量的高质量测试样品,为油气成藏史研究提供了大量的自生伊利石年龄数据及科学依据,发挥了重要作用^[5-6,8-17]。同时,作为一项重要的基础实验工作,本项发明在作者所承担的科研项目中发挥了重要作用,如中石油“九五”科技工程项目、“十

表1 激光粒度分析数据

Table 1 Laser grain size data of separated clay fractions

| 样号 | 粒级/ μm | 测试对象 | 激光粒度分布参数/ μm | | |
|----|-------------------|-------|-------------------------|----------|----------|
| | | | $d(0.1)$ | $d(0.5)$ | $d(0.9)$ |
| 1 | 0.3~0.15 | 粘土悬浮液 | 0.132 | 0.180 | 0.256 |
| 2 | 0.3~0.15 | 粘土悬浮液 | 0.135 | 0.186 | 0.270 |
| 3 | 0.3~0.15 | 粘土悬浮液 | 0.134 | 0.186 | 0.279 |
| 4 | 0.3~0.15 | 粘土悬浮液 | 0.134 | 0.184 | 0.267 |

注: $d(0.1)$ 、 $d(0.5)$ 和 $d(0.9)$ 分别为累计百分比为10%、50%和90%所对应的粒径。

五”北方油气区石炭—二叠项目、塔里木油田横向课题以及与澳大利亚联邦科学和工业研究院石油资源部(CSIRO Petroleum)国际合作课题等^[5-6]。

本项发明的微孔滤膜真空抽滤装置和技术是中国石油勘探开发研究院石油地质实验研究中心自生伊利石分离提纯实验室的重要基础保障设施之一,使用率较高,为国内有关大专院校、研究所和油田研究院等提供技术服务^[8-17],已经、正在并将继续发挥重要作用。

前已述及,关于细粒(小于 0.3, 0.1 μm 或更细)自生伊利石粘土组分的分离,国内外大多是采用高速、超高速离心分离技术^[18-21]。本次研究的微孔滤膜真空抽滤装置与技术国外未见报道。

致谢:感谢核工业北京地质研究院胡振铎教授对本项研究的指导和帮助。

参考文献:

- [1] 张有瑜,罗修泉. 油气储层自生伊利石分离提纯微孔滤膜真空抽滤装置:中国,ZL 2006 1 0090591.1[P]. 2009-04-08.
- [2] 张有瑜,董爱正,罗修泉. 油气储层自生伊利石分离提纯及其 K-Ar 同位素测年技术研究[J]. 现代地质, 2001, 15(3): 315-320.
- [3] 张有瑜,罗修泉,宋健. 油气储层自生伊利石 K-Ar 同位素年代学研究若干问题的初步探讨[J]. 现代地质, 2002, 16(4): 403-407.
- [4] 张有瑜,罗修泉. 油气储层自生伊利石 K-Ar 同位素年代学研究现状与展望[J]. 石油与天然气地质, 2004, 25(2): 231-236.
- [5] 张有瑜, Horst Zwingmann, Andrew Todd, 等. 塔里木盆地典型砂岩储层自生伊利石 K-Ar 同位素测年研究与成藏年代探讨[J]. 地学前缘, 2004, 11(4): 637-648.
- [6] 张有瑜, Horst Zwingmann, 刘可禹, 等. 塔中隆起志留系沥青砂岩油气储层自生伊利石 K-Ar 同位素测年研究与成藏年代探讨[J]. 石油与天然气地质, 2007, 28(2): 166-174.
- [7] 胡振铎, 欧光习, 夏毓亮. 辽河滩海地区下第三系古地温及生烃成藏时间的地球化学研究[R]. 北京:核工业北京地质研究院, 1999.
- [8] 王红军, 张光亚. 塔里木克拉通盆地油气勘探对策[J]. 石油勘探与开发, 2001, 28(6): 50-52.
- [9] 高岗, 黄志龙, 刚文哲. 塔里木库车坳陷依南 2 气藏成藏期次研究[J]. 古地理学报, 2002, 4(2): 98-104.
- [10] 赵靖舟, 田军. 塔里木盆地哈得 4 油田成藏年代学研究[J]. 岩石矿物学杂志, 2002, 21(1): 62-68.
- [11] 黄道军, 刘新社, 张清, 等. 自生伊利石 K-Ar 测年技术在鄂尔多斯盆地油气成藏时期研究中的初步应用[J]. 低渗透油气田, 2004, 9(4): 37-39, 9.
- [12] 张忠民, 周瑾, 郭兴威. 东海盆地西湖凹陷中央背斜带油气运移期次及成藏[J]. 石油实验地质, 2006, 28(1): 30-33, 37.
- [13] 任战利, 箫德铭, 迟元林. 松辽盆地基底石炭—二叠系烃源岩生气期研究[J]. 自然科学进展, 2006, 16(8): 974-979.
- [14] 崔军平, 任战利, 陈全红, 等. 海拉尔盆地乌尔逊凹陷油气成藏期次分析[J]. 西北大学学报(自然科学版), 2007, 37(3): 974-979.
- [15] 邹才能, 陶士振, 张有瑜. 松辽南部岩性地层油气藏成藏年代研究及其勘探意义[J]. 科学通报, 2007, 52(19): 2319-2328.
- [16] 肖晖, 任战利, 崔军平. 塔里木盆地孔雀 1 井志留系含气储层成藏期次研究[J]. 石油实验地质, 2008, 30(4): 357-362.
- [17] 刘四兵, 沈忠民, 吕正祥, 等. 川西坳陷中段须二段天然气成藏年代探讨[J]. 成都理工大学学报(自然科学版), 2009, 36(5): 523-530.
- [18] Liewig N, Clauer N, Sommer F. Rb-Sr and K-Ar dating of clay diagenesis in Jurassic sandstone oil reservoir, North Sea[J]. AAPG Bulletin, 1987, 71(12): 1467-1474.
- [19] Hamilton P J, Kelley S, Fallick A E. K-Ar dating of illite in hydrocarbon reservoirs[J]. Clay Minerals, 1989, 24(2): 215-231.
- [20] Hogg A J C, Hamilton P J, Macintyre R M. Mapping diagenetic fluid flow within a reservoir: K-Ar dating in the Alwyn area (UK North Sea)[J]. Marine and Petroleum Geology, 1993, 10: 279-294.
- [21] Hamilton P J. A review of radiometric dating techniques for clay minerals cements in sandstones[M]// Worden R H, Morad S. eds. Clay mineral cements in sandstones. Special Publication No. 34 of the International Association of Sedimentologists. 2003: 253-287.

(编辑 徐文明)