

Московский государственный университет  
им. М.В. Ломоносова  
Геологический факультет

М.К. Иванов, Г.А. Калмыков, В.С. Белохин, Д.В. Корост, Р.А. Хамидуллин

Петрофизические методы исследования  
кернового материала

Учебное пособие

В 2-х книгах  
Книга 2

Лабораторные методы петрофизических исследований кернового материала

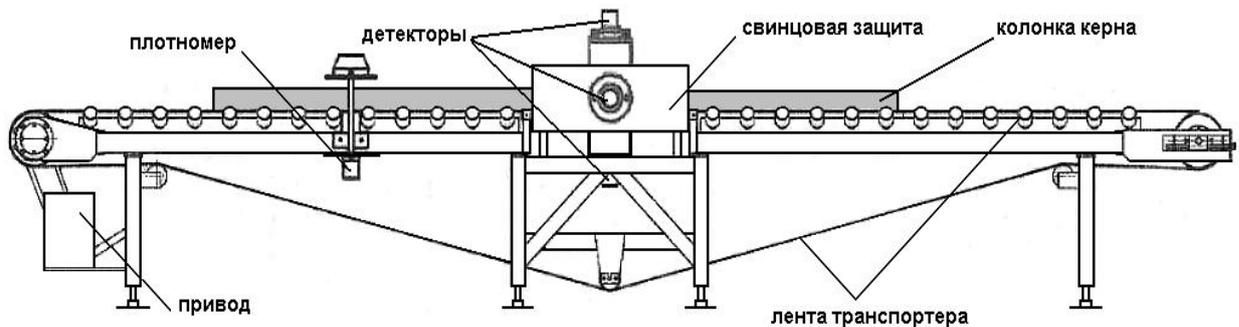


Рис. 1

Издательство Московского университета

2008

**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. М.В. ЛОМОНОСОВА**  
Геологический факультет

**М.К. Иванов, Г.А. Калмыков, В.С. Белохин, Д.В. Корост, Р.А. Хамидуллин**

**Петрофизические методы исследования  
кернового материала**  
Учебное пособие

В 2-х книгах

Книга 2

Лабораторные методы петрофизических исследований кернового материала

*Допущено УМС по геологии УМО классических  
университетов в качестве учебного пособия для  
студентов высших учебных заведений,  
обучающихся по направлению 020300 «Геология»*



**Издательство Московского университета**

**2008**

УДК 549.08; 552.08; 550.4.08  
ББК 26.343  
И20



Учебное пособие выпущено в рамках проекта-победителя  
Конкурса грантов компании ТНК-ВР для профильных  
высших учебных заведений Российской Федерации

Редактор: кандидат тех. наук *Г.А.Калмыков*  
Рецензент: доктор геол.-мин. наук, профессор *А.И.Конюхов*

**Иванов М.К., Калмыков Г.А., Белохин В.С., Корост Д.В., Хамидуллин Р.А.**  
И20 Петрофизические методы исследования кернового материала.  
Учебное пособие в 2-х книгах. Кн. 2: Лабораторные методы петрофизических  
исследований кернового материала. - М.: Изд-во Моск. ун-та, 2008.113 стр.,  
илл., рис. и табл.

**ISBN 978-5-211-05628-2**

*На обложке – схема установки МКС-01А «Мультирад» для профильного измерения  
концентрации естественных радиоактивных элементов*

Настоящая работа посвящена теоретическим основам и практической реализации методов петрофизических исследований кернового материала и основам комплексной обработки петрофизических данных. Вторая книга посвящена лабораторным методам изучения физических свойств на образцах керна. Рассматриваются современные методы изучения каменного материала.

Пособие рассчитано на магистрантов, обучающихся по инновационной магистерской программе геологического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова «Скважинные геофизические и петрофизические исследования месторождений нефти и газа», а также может быть использовано в рамках дисциплин «Подсчет геологических запасов нефти и газа», «Петрофизические основы комплексной интерпретации данных ГИС» и студентами третьего курса кафедры геологии и геохимии горючих ископаемых в рамках дисциплины «Петрофизика» для практических работ по дисциплине «Нефтяная литология». Курс «Петрофизическое исследование кернового материала» опирается на курсы базовой части профессионального цикла бакалавра геологии с профилизацией «Геофизика» и «Геология и геохимия горючих ископаемых»: «Петрофизика», «Комплексирование геофизических методов», «Геофизические исследования скважин», «Бурение», «Литология».

*Печатается по решению Ученого совета геологического  
факультета МГУ имени М.В.Ломоносова от 5 июня 2008 г.*

ISBN 978-5-211-05628-2 © Иванов М.К., Калмыков Г.А., Белохин В.С., Корост Д.В.,  
Хамидуллин Р.А., 2008

© Геологический факультет МГУ, 2008

## Оглавление

Введение. Лабораторные методы петрофизических исследований кернового материала .....	5
1 Определение общей пористости, минералогической и объемной плотности .....	6
1.1 Пористость горных пород .....	6
1.2 Определение пористости горных пород .....	6
1.3 Определение общей пористости, объемной и минералогической плотности пород по методу Мельчера .....	7
1.3.1 Определение объемной плотности .....	8
1.3.2 Определение минералогической плотности .....	9
1.3.3 Определение общей пористости .....	10
1.4 Определение открытой пористости пород по методу жидкостенасыщения (Преображенского) .....	10
1.5 Определение открытой пористости пород газоволюметрическим экспресс-методом .....	12
2 Определение водо- и нефтенасыщенности образцов горных пород .....	14
3 Проницаемость горных пород .....	16
3.1 Измерение газопроницаемости горных пород методом стационарной фильтрации .....	18
3.2 Измерение эффективной проницаемости горных пород .....	23
3.3 Измерение фазовой проницаемости горных пород .....	23
3.4 Определение проницаемости в пластовых условиях .....	24
3.4.1 Задачи моделирования процессов, влияющих на нефтеотдачу пласта .....	24
3.4.2 Определение проницаемости в пластовых условиях .....	24
4 Остаточная водонасыщенность и капиллярное давление горных пород .....	32
4.1 Остаточная водонасыщенность .....	32
4.2 Определение остаточной водонасыщенности методом капиллярметрии .....	34
4.2.1 Описание капиллярметра УГК-1 .....	34
4.2.2 Принцип работы установки .....	36
4.2.3 Порядок проведения работы .....	37
4.3 Определение остаточной водонасыщенности методом центрифугирования .....	40
5 Определение смачиваемости пород и краевого угла .....	43
6 Методы определения содержания карбонатов .....	47
7 Измерение удельного электрического сопротивления горных пород в атмосферных условиях .....	55

7.1	Порядок проведения работ в автономном режиме .....	57
7.1.1	Определение удельного электрического сопротивления (УЭС) водных растворов .....	57
7.1.2	Определение электрического сопротивления насыщенного керна .....	58
7.2	Порядок проведения работ в составе ПЭВМ.....	59
7.2.1	Определение удельного электрического сопротивления (УЭС) водных растворов.....	59
7.2.2	Определение электрического сопротивления насыщенного керна .....	60
8	Определение скорости акустических волн в атмосферных условиях.....	61
9	Определение акустических свойств, удельного электрического сопротивления и пористости в пластовых условиях.....	64
10	ЯМР-исследования образцов.....	67
10.1	Физические основы .....	67
10.2	Измерение эффекта ядерно – магнитного резонанса .....	69
10.3	Обработка результатов измерений .....	70
10.4	Петрофизические основы использования эффекта ЯМР для изучения горных пород.....	70
10.5	Аппаратура «ХРОМАТЭК-ПРОТОН 20М» .....	75
11	Термогравиметрический анализ проб (дериватография).....	77
11.1	Термогравиметрический способ (способ сушки).....	77
11.2	Аппаратура, оборудование, материалы.....	80
11.3	Порядок проведения работы.....	84
11.4	Погрешность результатов определений .....	86
12	Определение содержания естественных радиоактивных элементов в горных породах гамма-спектрометрическим методом .....	87
12.1	Теоретические основы.....	87
12.2	Описание измерительной установки .....	89
12.3	Проведение измерений .....	90
12.3.1	Подготовка установки к работе .....	90
12.3.2	Проведение калибровочных измерений.....	91
12.3.3	Измерение общей радиоактивности и концентраций естественных радиоактивных элементов горных пород .....	92
13	Нейтрон-активационный анализ - определение элементного состава.....	93
14	Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ.....	98

15	Изучение воздействия технологических жидкостей на ФЕС пород при вскрытии и обработке пласта.....	103
15.1	Обработка образцов разбавленной соляной кислотой (8%) .....	108
15.2	Изменение фильтрационных свойств пород при обработке ПАВ и CaCl <sub>2</sub> ..	109
15.3	Изучение влияния различных типов буровых растворов на фильтрационные свойства терригенных пород в пластовых условиях .....	110
	Приложение Перечень лабораторных работ, проводимых в рамках курса «Петрофизические методы исследования кернового материала» .....	111

## **Введение. Лабораторные методы петрофизических исследований кернового материала**

Во второй части учебного пособия «Петрофизические методы исследования кернового материала» приведены физические основы и описания методов изучения:

- фильтрационно-емкостных свойств (пористость(открытая и общая), проницаемость (абсолютная и фазовая), водонефтенасыщенности, предельной остаточной водонасыщенности (водоудерживающей способности), изменение содержания остаточной воды в порах при увеличении давления(капиллярметрия)),
- физических свойств (скоростей прохождения акустических волн, удельного электрического сопротивления пород с различным насыщением порового пространства водой, затухания намагниченности флюидов в порах горной породы, смачиваемости),
- элементного состава (нейтронно-активационный анализ, рентгеноспектральный флуоресцентный анализ, гамма-спектрометрический анализ),
- содержания минералов карбонатного ряда,
- потери веса образца при нагревании (дериватография).

В последней части освещены вопросы изучения воздействия технологических жидкостей на ФЕС пород при вскрытии и обработке пласта.

Для тех методов, по которым проводятся лабораторные работы, описание расширено порядком проведения исследований и обработки полученных материалов.

# 1 Определение общей пористости, минералогической и объемной плотности

## 1.1 Пористость горных пород

Пористость породы - весьма важный параметр, необходимый для оценки запасов нефти и выяснения процессов фильтрации в пористой среде. Под пористостью горной породы понимают наличие в ней пустот (пор, каналов, трещин, каверн). Коэффициентом пористости  $K_{п}$  будет называться отношение объема пор образца  $V_{п}$  к объему того же образца  $V_{о}$ .

$$K_{п} = V_{п}/V_{о} \quad (1.1)$$

Коэффициент пористости выражается в долях единицы или в процентах к объему образца (в этом случае результат выражение помножается на 100%). Различают пористость породы следующих видов:

1. Общая (абсолютная) пористость  $K_{п}$ , включающая связанные и не связанные между собой пустоты.
2. Открытая пористость (пористость насыщения), включающая все сообщающиеся между собой поры. Не учитывается тот объем пустот, в который не проникает данная жидкость при данном давлении насыщения. Обычно в качестве насыщающей жидкости берутся керосин (хорошо проникающий в поры и не вызывающий разбухания глинистых частиц) или пластовые воды.
3. Эффективная пористость  $K_{п\text{эфф}}$ , включающая только ту часть пустот, которые заняты подвижной жидкостью в процессе фильтрации при полном насыщении породы жидкостью. При этом в  $K_{п\text{эфф}}$  не входят доли порового пространства, занятые объемом субкапиллярных пор, в которых движение жидкости не происходит, объемом пор, занятых неподвижной пленкой, обволакивающей зерна породы, и объемом неподвижной жидкости на контактах зерен, где жидкость удерживается молекулярно-поверхностными силами.

## 1.2 Определение пористости горных пород

Для определения пористости достаточно знать объемы пор и образца, объемы зерен и образца или плотности образца и зерен. Существует несколько методов определения этих величин и, соответственно, способов оценки величины пористости горных пород.

Для определения объема образца часто пользуются методом И.А. Преображенского - взвешиванием насыщенного жидкостью (обычно керосином) образца породы в воздухе и в той же жидкости.

Образец можно не насыщать жидкостью, если использовать метод парафинирования образца (метод Мельчера). При этом методе образец породы перед взвешиванием в жидкости покрывается тонкой пленкой парафина, объем которого определяется по массе породы до и после парафинирования.

Следует учитывать, что методом насыщения и взвешивания определяется не полная пористость, так как часть пор (замкнутых) не заполняется жидкостью, а так называемая пористость насыщения. Поэтому объем пор часто определяют исходя из объема зерен породы. Для этого используют пикнометры и специальные приборы — жидкостные и газовые порозиметры.

Порозиметрами пользуются также для нахождения открытой пористости.

При выборе методов измерения пористости необходимо учитывать особенности и свойства коллектора. Для песков величины открытой и общей пористости практически одинаковы. В песчаниках и алевролитах общая пористость может на 5-6% превышать открытую. Наибольший объем замкнутых пор характерен для карбонатных и вулканогенных пород. При оценке пористости пород газовых коллекторов, сложенных алевролитами и песчано-алевролитовыми отложениями, открытую пористость следует измерять газометрическим способом с помощью газовых порозиметров. Пористость их оказывается существенно большей, чем при насыщении этих пород керосином. Газометрический способ следует также применять для измерения пористости пород, разрушающихся при насыщении керосином, а также образцов с низкой пористостью (менее 5%), так как в последнем случае объем пленки керосина, покрывающего образец, становится сравнимым с объемом пор, что сильно искажает результаты определений.

### **1.3 Определение общей пористости, объемной и минералогической плотности пород по методу Мельчера**

Для проведения работы понадобятся: аналитические весы, емкость с парафином, ненамокаемая нить, сосуд с дистиллированной водой, пикнометр объемом 50 мл.

Предварительно экстрагированный и высушенный при 105° С (Кн.1, гл. 5.4.3 и 5.4.4) образец породы делится на две части.

### 1.3.1 Определение объемной плотности

Большая часть образца (массой около 10 г) очищается от рыхлых участков, острые углы и края сглаживаются напильником. Подготовку образца заканчивают обметанием его кисточкой для удаления с поверхности пыли и несцементированных зерен.

Затем образец плотно обвязывают ненамокаемой нитью, длина свободного конца которой вместе с петлей для подвешивания на крючок весов не превышает 10 см.

Надев петлю на крючок весов, образец взвешивают в воздухе и получают массу  $m_1$ . Для большей точности следует отдельно взвесить нить и внести поправку в массу образца, вычтя из нее массу нити.

Нагреть емкость с парафином до его расплавления ( $\leq 60^\circ\text{C}$ ).

Держа за нить, образец погружают под уровень расплавленного парафина и быстро вынимают обратно, чтобы парафин не проник в приповерхностные поры образца, а только образовал тонкую пленку на поверхности.

После застывания парафина образец осматривают и удостоверяются в плотности оболочки и отсутствии на ней трещин и других дефектов. При наличии сквозных отверстий или пузырьков пленку подправляют, т.к. появление пузырьков на поверхности образца служит признаком поступления парафина в поры.

Взвешивают парафинированный образец в воздухе и получают массу  $m_2$ .

Затем подводят сосуд с дистиллированной водой под крючок весов, так, чтобы образец погрузился в воду, не соприкасаясь со стенками, и взвешивают парафинированный образец в воде. Получают массу  $m_3$ . Следует учесть, что при наличии трещин в оболочке вода начнет проникать в поры образца и вытеснять воздух, который в виде пузырьков будет собираться на поверхности и всплывать в воде. Точное взвешивание при этом выполнить невозможно, так как вес образца будет непрерывно изменяться. Образец бракуется.

Далее вычисляется объем образца породы вместе с парафиновой оболочкой  $V_{0п}$ :

$$V_{0п} = (m_2 - m_3)/\delta_{в},$$

где  $\delta_{в}$  - плотность воды, равная  $1 \text{ г/см}^3$ .

Объем парафина  $V_{п}$  вычисляется по формуле:

$$V_{п} = (m_2 - m_1)/\delta_{п},$$

где  $\delta_{п}$  - плотность парафина, равная  $0,91 \text{ г/см}^3$ .

Искомый объем образца определяется по формуле:

$$V_0 = V_{0п} - V_{п}.$$

Зная массу куска породы, можно вычислить объемную  $\delta_{об}$  плотность образца:

$$\delta_{об} = m_1/V_0.$$

### 1.3.2 Определение минералогической плотности

Вторая смежная часть образца массой около 5 г предназначена для определения объема зерен породы. Кусочек породы измельчают в ступке до прохождения получаемых частиц через сито с диаметром ячейки 0,25 мм. Затем пересыпают зерна в предварительно взвешенный пикнометр известного объема (масса пикнометра  $m$ ), взвешивают зерна вместе с пикнометром ( $m_4$ ) и, вычитая массу пустого пикнометра, получают массу дробленого образца ( $m_5$ ).

Затем в пикнометр наливают дистиллированную воду, при этом объем воды не должен превышать половины объема сосуда, иначе при последующем вакуумировании из пикнометра возможен выброс воды и частиц породы. Осторожным взбалтыванием смачивают зерна и добиваются их опускания на дно.

Далее пикнометр помещается в вакуумную камеру (см. кн.1 гл. 5.4.5) и выдерживается там до прекращения выделения пузырьков воздуха (около 20-30 минут). Затем емкость разгерметизируют, извлекают пикнометр и доливают в него воды так, чтобы плоскость метки «50 мл» была касательной к нижней поверхности мениска. Если уровень воды поднялся выше метки, то его понижают, опуская до мениска полосу промокательной бумаги или отсасывая воду пипеткой.

Пикнометр с водой и образцом взвешивают, получают значение массы  $m_{зв}$ , после чего навеску выливают. Сосуд промывают, снова заливают до метки дистиллированной водой той же температуры и взвешивают, далее вычисляют массу воды как разницу масс пустого и заполненного пикнометра ( $m_B$ ).

Вес воды в пикнометре с водой и зернами вычисляется как разница общего веса и веса пикнометра и зерен:  $m_{B1} = m_{зв} - m_4$

Вес воды, вытесненной зернами образца, равен весу воды в пикнометре без зерен минус вес воды в пикнометре с зернами:

$$m_{B2} = m_B - m_{B1}$$

Объем воды, вытесненной зернами, равный объему зерен в пикнометре, будет равен:

$$V_3 = m_{B2} / \delta_B$$

Зная массу зерен второго куска, можно вычислить минералогическую  $\delta_{мин}$  плотность горной породы:

$$\delta_{мин} = m_5/V_3.$$

### 1.3.3 Определение общей пористости

Так как значения объемной и минералогической плотности уже получено, то расчет может быть произведен исходя из этих значений:

$$K_{\Pi} = (V_0 - V_3) / V_0 = 1 - V_3 / V_0 = 1 - (m_5 / \delta_{\text{мин}}) / (m_1 / \delta_{\text{об}}).$$

Так как в смежных образцах массы пропорциональны их объемам, а масса всего образца равна массе зерен образца, значения  $m_4$  и  $m_1$  сократятся, мы получим окончательное уравнение:

$$K_{\Pi} = 1 - \delta_{\text{об}} / \delta_{\text{мин}} \quad \text{или} \quad K_{\Pi} = (1 - \delta_{\text{об}} / \delta_{\text{мин}}) 100\%$$

Форма записи данных при определении общей пористости, объемной и минералогической плотности выглядит следующим образом:

№ п/п	Величина	Обозначение	Значение
1	Вес первого кусочка, г	$m_1$	5,467
2	Вес первого кусочка в парафине, г	$m_2$	5,935
3	Вес запарафинированного кусочка в воде, г	$m_3$	3,004
4	Вес вытесненной образцом воды, г	$m_{\text{в}} = m_2 - m_3$	2,931
5	Температура воды, °С	$T$	20
6	Плотность воды, г/см <sup>3</sup>	$\delta_{\text{в}}$	0,998
7	Объем образца с парафином, г	$V_{\text{обр.п.}} = m_{\text{в}} / \delta_{\text{в}}$	2,937
8	Плотность парафина, г/см <sup>3</sup>	$\delta_{\text{п}}$	0,91
9	Объем парафина, см <sup>3</sup>	$V_{\text{п}} = (m_2 - m_1) / \delta_{\text{п}}$	0,515
10	Объем образца, см <sup>3</sup>	$V_{\text{обр}} = V_{\text{обр.п.}} - V_{\text{п}}$	2,422
11	Объемная плотность породы, г/см <sup>3</sup>	$\delta_{\text{об}} = m_1 / V_{\text{обр}}$	2,257
12	Вес пикнометра, г	$m$	17,761
13	Вес пикнометра с зернами, г	$m_4$	23,170
14	Вес зерен, г	$m_5$	5,409
15	Вес пикнометра с зернами и водой, г	$m_{\text{зв}}$	71,171
16	Вес воды в пикнометре только с водой, г	$m_{\text{в}}$	50
17	Вес воды в пикнометре с зернами, г	$m_{\text{в1}}$	48,001
18	Вес воды вытесненной зернами, г	$m_{\text{в2}}$	1,999
19	Объем зерен равный объему вытесненной воды, г	$V_3$	2,002
20	Минералогическая плотность образца, г/см <sup>3</sup>	$\delta_{\text{мин}} = m_5 / V_3$	2,702
21	<b>Коэффициент общей пористости, %</b>	<b><math>K_{\Pi} = (1 - \delta_{\text{об}} / \delta_{\text{мин}}) 100\%</math></b>	<b>16,5</b>

### 1.4 Определение открытой пористости пород по методу жидкостенасыщения (Преображенского)

Предварительно экстрагированный и высушенный при 105°С стандартный цилиндрический образец породы взвешивают и получают массу  $m_1$ . Затем образец

под вакуумом насыщается рабочей жидкостью (как правило, керосином или моделью пластовой воды) (см. кн.1 гл. 5.4.5).

Насыщенный образец вынимают и освобождают его от избытка керосина путем обкатывания на стекле. Нельзя использовать для удаления жидкости с поверхности образца матерью или губку, поскольку в данном случае велик риск удаления жидкости из приповерхностных пор данного образца, что в дальнейшем может в значительной степени отразиться на результатах. Надежным признаком достаточного удаления влаги является исчезновение блеска на поверхности образца и появление характерного матового вида породы. После этих операций насыщенный образец взвешивают в воздухе ( $m_2$ ).

Поделив разность масс насыщенного и сухого образцов на плотность рабочей жидкости ( $\delta_{ж}$ ), получаем объем пор  $V_{п}$  данного образца породы:

$$V_{п} = (m_2 - m_1) / \delta_{ж}$$

Далее насыщенный образец гидростатически взвешивают в рабочей жидкости ( $m_3$ ). Поделив разность масс насыщенного образца в воздухе и в рабочей жидкости на плотность рабочей жидкости, получаем объем данного образца породы:

$$V_0 = (m_2 - m_3) / \delta_{ж}$$

Согласно уравнению (1.1):

$$K_{п} = V_{п} / V_0 = \{(m_2 - m_1) / \delta_{ж}\} / \{(m_2 - m_3) / \delta_{ж}\} = (m_2 - m_1) / (m_2 - m_3).$$

Как видно, величина  $\delta_{ж}$  в уравнении сокращается. Следовательно, определять ее нет необходимости. Однако, если для контроля требуется определить отдельно объемы образца и пор, то плотность рабочей жидкости необходимо измерить или рассчитать по общепринятым методикам.

Форма записи данных при определении открытой пористости насыщения выглядит следующим образом:

№ п/п	Величина	Обозначение	Значение
1	Вес образца, г	$m_1$	27,760
2	Вес насыщенного образца в воздухе, г	$m_2$	30,665
3	Вес насыщенного образца в рабочей жидкости, г	$m_3$	19,178
4	Плотность рабочей жидкости, г/см <sup>3</sup>	$\delta_{ж}$	0,828
5	<b>Коэффициент открытой пористости насыщения, доли</b>	<b><math>K_{п} = (m_2 - m_1) / (m_2 - m_3)</math></b>	<b>0,253</b>

## 1.5 Определение открытой пористости пород газовольюметрическим экспресс-методом

Измерение пористости газовольюметрическим методом основано на законе Бойля—Мариотта: изменяя в системе объемы газа или давление, получают данные, по которым подсчитывают объем частиц и пористость. Для этого используются приборы порозиметры (Рис.1.1, Рис. 1.2).

Калибровка порозиметра проводится по сплошному непористому образцу (выполненному, например, из железа или оргстекла), далее производятся измерения непосредственно образцов.

### Калибровка прибора

В верхнем положении поршня тщательно разрыхлить стеклянным стержнем шарики, служащие заполнителем пустого пространства вокруг образца, и нажать кнопку "Начальное положение". Поршень опускается в нижнее положение, программа отыскивает исходное положение для отсчета импульсов, на табло высвечивается «L».



Рис. 1.1 Газовый порозиметр «Экспресспор-2000»

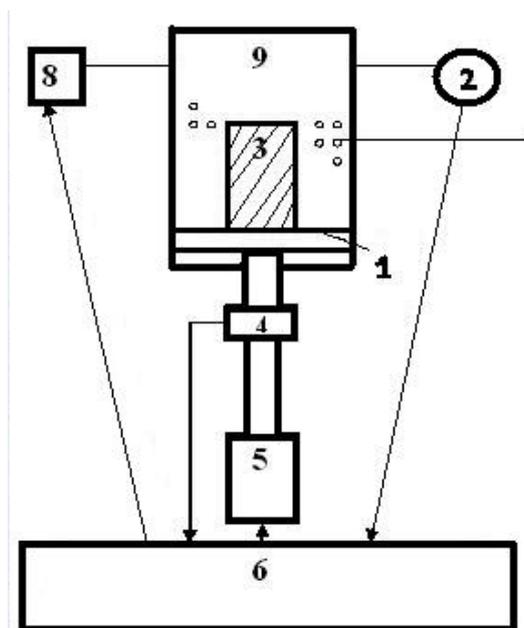


Рис. 1.2. Схема порозиметра.

- 1-поршень, 2 -- датчик давления,
- 3 - образец, 4 -- датчик оборотов,
- 5 -- электродвигатель,
- 6 -- блок управления, 7 -- шарики,
- 8 -- клапан сброса,
- 9 -- рабочая камера

Нажать кнопку "Калибровка".

Тщательно убрать стеклянным стержнем шарики из конической части прибора в камеру замера, закрутить крышку и нажать кнопку "Измерение". Программа производит калибровку рабочей камеры.

На табло появятся измеренные значения числа импульсов перемещения поршня, результаты следует записать для сверки при дальнейших калибровках, выполняемых на аналогичном непористом образце.

Раскрутить крышку прибора и нажать кнопку "Извлечение образца". Поршень перемещается в верхнее положение, на табло отобразится «Н»

В верхнем положении поршня, не прилагая усилий, поставить эталон (вертикально стенкам камеры замера прибора, торцом на шарики) и нажать кнопку "Начальное положение".

Тщательно убрать стеклянным стержнем шарики из конической части прибора в камеру замера, слегка разровняв шарики на торце эталона, закрутить крышку и нажать кнопку "Измерение". На панели блока индикации высветятся промежуточные результаты измерений в процессе калибровки прибора.

Раскрутить крышку прибора и нажать кнопку "Извлечение образца".

Повторить операции калибровки по измерениям образца калибра. На панели прибора появятся результаты измерений внешнего объема и объема твердой фазы эталона.

Записать результаты измерений и сравнить полученные значения с эталонными значениями по вашему калибру.

Раскрутить крышку прибора и нажать кнопку "Извлечение образца". Теперь прибор готов к работе.

### **Порядок проведения измерений**

Образцы керна должны быть цилиндрической формы (допустимо - с небольшими сколами), высотой не более 30 мм, очищены от солей и битумов, высушены и взвешены (Кн.1, гл. 5.4.3 и 5.4.4).

Во время работы необходимо исключить утерю шариков, поэтому эталон для калибровки (непористый образец) должен быть чистым и сухим, во время процедуры извлечения образца из камеры замера торец цилиндра необходимо освободить стеклянным стержнем от слоя шариков, не дожидаясь полного поднятия поршня.

Для облегчения процедуры освобождения образцов со сколом от шариков верхний торец образца в камере замера должен быть без резких и неровных впадин и сколов.

Устанавливать в камеру замера эталон или образец следует без применения силы, оставляя слой шариков с каждой стороны торца толщиной не менее 3 мм.

Замеры на образцах керн производятся аналогично замеру на эталоне. Если требуется зафиксировать после измерения не только коэффициент пористости, но и значения объемов, следует пользоваться кнопкой «Показания».

### Список литературы к главе 1

- 1.ГОСТ 26450.1-85. Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением.
- 2.Оркин К.Г., Кучинский П.К. Лабораторные работы по курсу «Физика нефтяного пласта». М.: Гостоптехиздат, 1953.
3. Ханин А.А. Породы-коллекторы нефти и газа и их изучение. М.: Недра, 1969.
4. Методическое руководство по определению физических свойств горных пород и полезных ископаемых. М.: Госгеолтехиздат, 1962.
- 5.Калинко М.К. Методика исследования коллекторских свойств кернов. М.: Гостоптехиздат, 1963.
- 6.Методы исследования пород коллекторов. М.: ВНИГНИ, 1970.
7. Порозиметр «Экспресспор-2000», Инструкция по эксплуатации и пользованию.
- 8.[www.analytmarketing.ru/Str/Geo/](http://www.analytmarketing.ru/Str/Geo/)

## 2 Определение водо- и нефтенасыщенности образцов горных пород

Коэффициентом водо- и нефтенасыщенности породы называется отношение объема содержащейся в ней воды/нефти к суммарному объему пор той же породы. Для определения данной величины принято использовать аппарат Закса (Рис. 2.1).

Фильтр выполнен в виде стеклянного цилиндра 3 с дном из пористого стекла, через которое растворитель может просачиваться в колбу 4. Ловушка 2 прокальтивана по 1 см<sup>3</sup>. Стеклянные колба, ловушка и холодильник тщательно шлифуются друг к другу для устранения утечки паров растворителя через места соединения. В процессе работы цилиндр 3 с керном помещают в горловину колбы на специальные выступы. В верхней части цилиндра имеются два отверстия, в которых закрепляют проволочную дужку для удобства его извлечения из колбы.

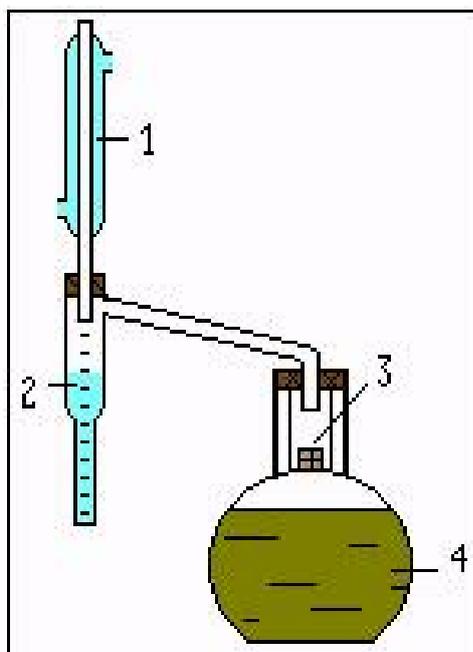


Рис. 2.1 Схема аппарата Закса. 1 - холодильник, 2 - ловушка, 3 - цилиндр (фильтр), 4 - колба

Разгерметизировав образец керна и очистив его от раствора и шлама (см. Книгу 1), из серединной части откалывают кусок произвольной формы и помещают его в бюкс, чтобы избежать испарения жидкости с поверхности образца. Путем взвешивания образца в бюксе, а затем отдельно бюкса определяют массу образца с точностью до 0,001 г. Затем образец помещают в цилиндр. Наливают в колбу 4 (до половины) толуол и, установив цилиндр с образцом в горловину, собирают прибор и ставят на электроподогреватель.

Подключают холодильник 1 к проточной воде (вода должна поступать снизу вверх) и включают печь. Растворитель начинает испаряться, его пары проходят через образец, вода в котором также начинает испаряться, и смесь паров конденсируется в холодильнике, откуда стекает в ловушку 2 и цилиндр 3.

Подогрев колбы регулируют таким образом, чтобы образец породы все время был погружен в растворитель и вместе с тем растворитель не переливался через край цилиндра, а вытекал через пористый фильтр в колбу.

Вода, находящаяся в поровом пространстве образца, в процессе перегонки скапливается в ловушке, т.к. ее плотность выше плотности толуола. Растворитель, находящийся над уровнем воды в ловушке, совершенно прозрачен и отличается по цвету от воды. Анализ считается законченным, когда дальнейшее увеличение объема воды не наблюдается.

Капли воды в случае их конденсации в трубке холодильника поступают в ловушку, а затем измеряется объем выделившейся из образца воды.

В отдельных случаях (при слабопроницаемых породах) по окончании дистилляции воды рекомендуется, удалив толуол из колбы, произвести дополнительную экстракцию хлороформом.

После окончания экстрагирования печь выключают, растворителю из цилиндра дают стечь. Цилиндр с образцом извлекают и высушивают в термостате при температуре +105°C до постоянной массы.

Объем нефти в образце определяют из выражения:

$$V_{\text{н}} = (m_1 - m_2 - V_{\text{в}} \delta_{\text{в}}) / \delta_{\text{н}}.$$

Коэффициент нефтенасыщенности в долях единицы будет равен:

$$K_{\text{н}} = V_{\text{н}} \delta_{\text{o}} / K_{\text{п}} m_2.$$

Коэффициент водонасыщенности в долях единицы будет равен:

$$K_{\text{в}} = V_{\text{в}} \delta_{\text{o}} / K_{\text{п}} m_2,$$

где:  $V_{\text{н}}$  - объем нефти в образце, см<sup>3</sup>;

$K_{\text{н}}$  - коэффициент нефтенасыщенности, доли единицы;

$K_{\text{в}}$  - коэффициент водонасыщенности, доли единицы;

$V_{\text{в}}$  - объем воды, выделившегося из образца, см<sup>3</sup>;

$m_1$  - масса образца насыщенного нефтью, водой, г;

$m_2$  - масса экстрагированного и высушенного образца, г;

$\delta_{\text{н}}$  - плотность нефти, г/см<sup>3</sup>;

$\delta_{\text{в}}$  - плотность воды, г/см<sup>3</sup>;

$\delta_{\text{o}}$  - объемная плотность породы, г/см<sup>3</sup>;

$K_{\text{п}}$  - открытая пористость, доли единицы.

### Список литературы к главе 2

1. Гудок Н.С. Изучение физических свойств пористых сред. М.: Недра, 1970.
2. Оркин К.Г., Кучинский П.К. Лабораторные работы по курсу «Физика нефтяного пласта». М.: Гостоптехиздат, 1953.

## 3 Проницаемость горных пород

Проницаемостью называется свойство пород пропускать жидкости, газы и их смеси при наличии градиента давления [3]. Проницаемость — параметр, характеризующий способность пород пласта пропускать флюид.

Абсолютно непроницаемых тел в природе нет. Однако при существующих в нефтяных пластах сравнительно небольших перепадах давлений многие породы из-за малых размеров пор оказываются практически мало или совсем непроницаемыми

для жидкостей и газов (глины, сланцы и др.). Большая часть осадочных пород обладает той или иной проницаемостью. Поровое пространство этих пород, кроме субкапиллярных пор, складывается также порами большего размера. По экспериментальным данным, диаметры подавляющей части пор нефтесодержащих коллекторов больше 1 мкм. В процессе эксплуатации нефтяных и газовых месторождений возможна различная фильтрация в пористой среде жидкостей и газов или их смесей — совместное движение нефти, воды и газа или воды и нефти, нефти и газа или только нефти или газа. При этом проницаемость одной и той же пористой среды для данной фазы в зависимости от количественного и качественного состава фаз в ней будет различной. Поэтому для характеристики проницаемости горных пород нефтесодержащих пластов введены понятия абсолютной, эффективной и относительной проницаемости. Для общей характеристики физических свойств пород используется абсолютная проницаемость.

1. Под абсолютной проницаемостью принято понимать проницаемость пористой среды, которая определена при наличии в ней одной фазы, химически инертной по отношению к породе. Для ее оценки обычно используется воздух или газ (как правило, азот), так как установлено, что при движении жидкостей в пористой среде на ее проницаемость влияют физико-химические свойства жидкостей.
2. Относительной проницаемостью пористой среды называется отношение эффективной проницаемости этой среды для данной фазы к абсолютной.
3. Эффективной проницаемостью называется проницаемость породы для данной фазы при наличии в поровом пространстве неподвижной фазы другого флюида, т.е. при наличии остаточной водо- или нефтенасыщенности.
4. Фазовой называется проницаемость пород для данного газа или жидкости при наличии или движении в порах многофазных систем. Величина ее зависит не только от физических свойств пород, но также от степени насыщенности порового пространства жидкостями или газом и от их физико-химических свойств.

Для оценки проницаемости горных пород обычно пользуются линейным законом фильтрации Дарси, по которому скорость фильтрации флюида в пористой среде пропорциональна градиенту давления и обратно пропорциональна динамической вязкости:

$$v = \frac{Q}{F} = k \cdot \frac{1}{\mu} \cdot \frac{(P_1 - P_2)}{L},$$

где  $v$  - скорость линейной фильтрации;  
 $Q$  - объемный расход жидкости в единицу времени;  
 $\mu$  - динамическая вязкость флюида;  
 $F$  - площадь фильтрации;  
 $P_1$  - давление на входе;  
 $P_2$  - давление на выходе;  
 $L$  - длина пористой среды.

В этом уравнении способность породы пропускать жидкости и газы характеризуется величиной, которую называют коэффициентом проницаемости ( $K_{пр}$ ):

$$K_{пр} = \frac{Q \cdot \mu \cdot L}{(P_1 - P_2) \cdot F}$$

В Международной системе единиц величины (СИ), входящие в формулу проницаемости, имеют размерности:

$$[L] = \text{м}; \quad [F] = \text{м}^2; \quad [Q] = \text{м}^3/\text{с}; \quad [P] = \text{Н}/\text{м}^2; \quad [\mu] = \text{Н}\cdot\text{с}/\text{м}^2.$$

Следовательно,  $[K_{пр}] = \text{м}^2$ .

Таким образом, в системе СИ за единицу проницаемости в  $1 \text{ м}^2$  принимается проницаемость такой пористой среды, площадью  $1 \text{ м}^2$  и длиной  $1 \text{ м}$  при фильтрации через которую жидкости вязкостью  $1 \text{ Н}\cdot\text{с}/\text{м}^2$  перепад давления составляет  $1 \text{ Н}/\text{м}^2$ , а расход равен  $1 \text{ м}^3/\text{с}$ . Физический смысл коэффициента  $K_{пр}$  заключается в том, что проницаемость характеризует величину площади сечения каналов пористой среды, по которым происходит фильтрация.

Для оценки проницаемости на практике обычно пользуются единицей Дарси [Д], которая приблизительно в  $10^{12}$  раз меньше, чем проницаемость в  $1 \text{ м}^2$ , т.е.  $1 \text{ Д} \approx 1 \text{ мкм}^2$ .

Проницаемость пород нефтяных и газовых пластов изменяется от нескольких мД до 2 - 3 Д и редко бывает выше.

### **3.1 Измерение газопроницаемости горных пород методом стационарной фильтрации**

Измерение газопроницаемости производится согласно ГОСТу [2].

Предварительно выбуренные стандартные цилиндрические образцы высушивают при температуре  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Сильно глинистые породы сушат при температуре  $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Потом определяют размеры образцов штангенциркулем как среднее из 3—5 определений в каждом направлении с точностью до 0,1 мм. Расхождение между определениями не должно превышать 0,5 мм.

Конструкция установки, предназначенная для измерения абсолютной газопроницаемости как при стационарной фильтрации, так и при нестационарной

фильтрации, предусматривает наличие источника давления или разрежения, регулятора давления, кернодержателя и измерителей давления и расхода газа (Рис. 3.1).

При стационарной фильтрации источником давления служит баллон с газообразным азотом (1). Газ очищают от паров воды и загрязняющей пыли с помощью фильтра (5) и хлористого кальция (4), измерителями давления служат технические пружинные манометры (7), в качестве расходомера (10) используется градуированная стеклянная трубка.

Цилиндрический образец помещают в резиновую манжету кернодержателя Хасслера (8) таким образом, чтобы зазор между боковой поверхностью образца и стенками манжеты был минимальным. Создают давление бокового обжима, обеспечивающее отсутствие проникновения (проскальзывания) газа между образцом и манжетой не выше 2,5 МПа (оптимальное значение оставляет 1,3-1,5 МПа) с помощью предусмотренной в аппарате пневмосистемы (9). Давление обжима заносят в таблицу результатов.

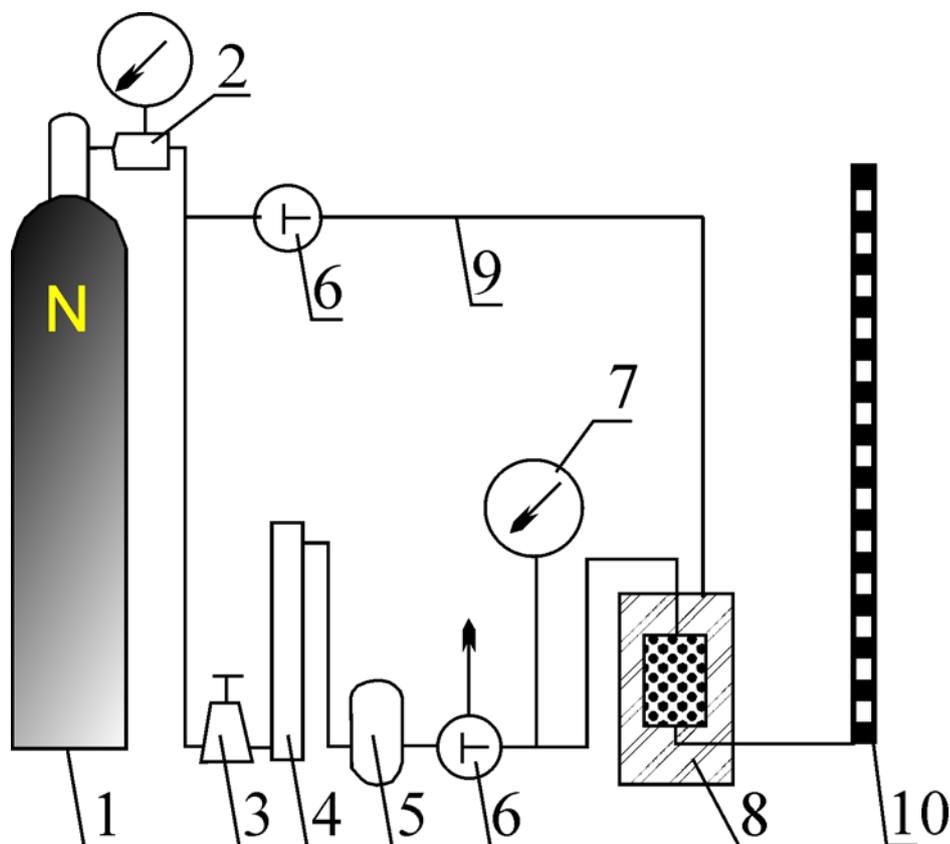


Рис. 3.1 Принципиальная схема установки для определения газопроницаемости. 1 - источник давления, 2 - редуктор высокого давления, 3 - редуктор низкого давления, 4- осушитель газа, 5- фильтр, 6 - трехходовой кран, 7 - манометр, 8 - кернодержатель, 9 - линия создания обжима, 10 - градуированная трубка измерения расхода газа

С помощью редуктора (3) устанавливают рабочий перепад давления, контролируемый манометрами.

Измерение расхода газа производится с помощью отсчета времени прохождения мыльного пузырька через определенный объем градуированной трубки (10), установленной на выходе из образца и соединенной с атмосферным давлением. Оптимально одно измерение должно продолжаться около 30-90 секунд, что обеспечивает минимальную погрешность замеров. Однако в случае сильно проницаемых или непроницаемых пород временной интервал может быть значительно сдвинут, соответственно, в ту или иную сторону, что должно быть отражено в результирующей таблице.

Измерение расхода газа через образец выполняют три раза при различных перепадах давления в пределах 0,1 – 0,2 МПа.

При каждом единичном замере или через каждые 10 образцов при проведении серии измерений необходимо фиксировать температуру и давление окружающей среды, что требуется для введения соответствующих поправок и расчета вязкости газа.

Коэффициент газопроницаемости при стационарной фильтрации вычисляется по формуле:

$$K_{\text{пр}} = \frac{V \cdot \mu \cdot L \cdot P_{\text{бар}}}{t \cdot \Delta P \cdot (\Delta P / 2 - P_{\text{бар}}) \cdot F} \cdot 1000,$$

где  $K_{\text{пр}}$  – коэффициент газопроницаемости, измеренный при определенном среднем давлении в образце, [ $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>] (мД);

$V$  – объем газа, прошедший через образец, см<sup>3</sup>;

$t$  – время прохождения газа, с;

$\mu$  – вязкость газа в рабочих условиях, МПа·с;

$\Delta P$  – перепад давления на образце между входом и выходом из него потока, 0,1 МПа;

$P_{\text{бар}}$  – барометрическое давление, 0,1 МПа;

$L$  – длина образца, см;

$F$  – площадь поперечного сечения образца, см<sup>2</sup>;

При измерении газопроницаемости закон Дарси может не соблюдаться, в основном из-за скольжения газа, особенно заметного в области низких давлений и малых проницаемостей, а также из-за потерь давления, пропорциональных квадрату фильтрации, несущественных лишь в области малых перепадов давления.

Для избежания последнего режим измерений выбирается в области прямолинейного участка зависимости  $Q = f(\Delta P)$ .

Эффект скольжения газа проявляется в наличии зависимости измеренной и вычисленной по закону Дарси величины проницаемости от среднего давления в образце. Величина проницаемости, измеренная при среднем давлении  $P_{CP}$ , приближающемся к пластовому  $P_{CP} \rightarrow P_{пл}$ , является абсолютной ( $K_{пр\ а\б\с}$ ) и близка к величине проницаемости по жидкости, не реагирующей с породой.

Величина абсолютной газопроницаемости  $K_{пр\ а\б\с}$  связана с величиной проницаемости, измеренной при заданном среднем давлении, соотношением:

$$K_{пр\ а\б\с} = \frac{K_{пр}}{1 + b / P_{CP}}$$

где  $K_{пр}$  - значение газопроницаемости, определенное при данном среднем давлении ( $P_{CP}$ );

$b$  - коэффициент скольжения (Клинкенберга), зависящий от типа породы и фильтруемого газа.

Значение  $K_{пр\ а\б\с}$  может быть получено непосредственными измерениями при различных средних давлениях или путем введения поправки на скольжение в величину  $K_{пр}$ .

Непосредственное измерение  $K_{пр\ а\б\с}$  выполняется путем определения проницаемости при трех-четырех различных  $P_{CP}$  и построения зависимости  $K_{пр} = f(1 / P_{CP})$ ; величину  $K_{пр\ а\б\с}$  находят экстраполяцией зависимости на  $(1 / P_{CP}) = 0$ . Максимально допустимые величины перепада давления в процессе определения следует устанавливать из условий сохранения линейного закона фильтрации.

Введение поправки на скольжение в величину  $K_{пр}$  выполняется следующим образом:

- на коллекции образцов, являющейся представительной по отношению к исследуемому массиву, определяют  $K_{пр}$  при различных средних давлениях и строят зависимости  $K_{пр} = f(1 / P_{CP})$ ;

- для каждого образца вычисляют величину коэффициента скольжения как.

$$b = \frac{1}{K_{пр\ а\б\с}} \cdot \left[ \frac{\Delta K_{пр}}{\Delta(1 / P_{CP})} \right];$$

- строят зависимость  $b = f(K_{пр\ а\б\с})$ ;

- на основании полученной зависимости строят номограмму в координатах « $K_{пр} - K_{пр\text{ абс}}/K_{пр}$ » с шифром кривых  $P_{ср}$ , являющуюся графическим решением вышеуказанного уравнения.

В качестве примера на Рис. 3.2 приведена обобщенная номограмма для определения  $K_{пр\text{ абс}}$ .

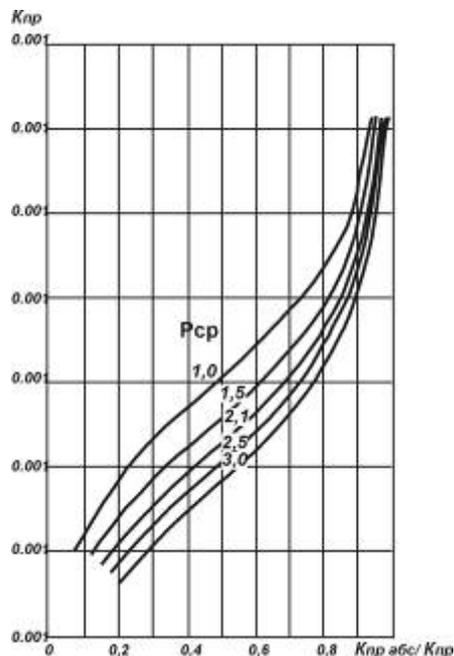


Рис. 3.2 Номограмма для вычисления поправки за счет скольжения газа

Форма записи данных при определении абсолютной газопроницаемости выглядит следующим образом:

Лабораторный номер образца	Диаметр образца $D$ , см	Высота образца $L$ , см	Площадь поперечного сечения образца $F$ , см <sup>2</sup>	Время прохождения объема газа через образец, сек	Среднее время прохождения объема газа через образец $t$ , сек	Объем газа, прошедшего через образец $V$ , см <sup>3</sup>	Расход газа, $Q=V/t$ , см <sup>3</sup> /с	Перепад давления $\Delta P$ 0,1, МПа	Барометрическое давление $P_{бар}$ 0,1 МПа	Приведенный перепад давления $\Delta P/2 + P_{бар}$ 0,1 МПа	Давление обжима $P_0$ 0,1, МПа	Температура $T$ °С	Вязкость газа $\mu$ , мПа*с	Коэффициент газопроницаемости $K_{пр}$ , мД
----------------------------	--------------------------	-------------------------	---	--	---	--	---	--------------------------------------	--	---	--------------------------------	--------------------	-----------------------------	---

Методы измерения проницаемости по жидким однофазным системам (вода, растворы, керосин, нефть) смотрите в главе 2.4.2. Общий принцип измерений сохраняется, однако значительно видоизменяется приборная часть, т.к. жидкие флюиды имеют отличную от газов динамику фильтрации и реакции с поровым пространством породы.

### **3.2 Измерение эффективной проницаемости горных пород**

Эффективная проницаемость среды может быть измерена как проницаемость породы по данной фазе при наличии в поровом пространстве той или иной неподвижной фазы другого флюида, т.е. при наличии остаточной водо- или нефтенасыщенности.

Таким образом, для замера эффективной проницаемости необходимо повторить процедуру измерения, описанную в предыдущем разделе, предварительно подготовив образец так, чтобы в его поровом пространстве находилась неподвижная связанная фаза другого флюида.

Данная процедура подробно описывается в гл. 2.4.2.

### **3.3 Измерение фазовой проницаемости горных пород**

В породах нефтяных и газовых месторождений одновременно присутствуют две или три фазы. При фильтрации проницаемость породы для одной какой-либо фазы меньше ее абсолютной проницаемости.

Исследования показывают, что фазовая и относительная проницаемости для различных фаз зависят от нефте-, газо- и водонасыщенности порового пространства породы, физических и физико-химических свойств жидкостей и пористых сред.

Если часть пор занята какой-либо фазой, то ясно, что проницаемость породы для другой фазы становится меньше. Величина фазовой проницаемости определяется главным образом степенью насыщенности пор разными фазами.

В условиях реальных пластов возникают различные виды многофазных потоков — движение смеси нефти и воды, фильтрация газированной жидкости или трехфазный поток нефти, воды и газа одновременно. Каждый из этих потоков изучен экспериментально. Результаты исследований обычно изображают в виде графиков зависимости относительных проницаемостей от степени насыщенности порового пространства различными фазами (как основного фактора, определяющего значение относительной проницаемости). Эти зависимости широко используются в теории и практике разработки и эксплуатации нефтяных месторождений. Их анализ позволяет сделать важные выводы о закономерностях притока нефти, воды и газа в скважины. Они используются при определении дебитов скважин, прогнозировании поведения пласта и режима работы скважин по мере эксплуатации залежи, при проектировании процесса разработки месторождений и решении многих технологических задач эксплуатации нефтяных, газовых и газоконденсатных месторождений.

### **3.4 Определение проницаемости в пластовых условиях**

#### **3.4.1 Задачи моделирования процессов, влияющих на нефтеотдачу пласта**

При разработке нефтяных и газовых месторождений приходится решать множество задач по дальнейшему совершенствованию и выбору наиболее рациональных приемов и схем осуществления различных технологических процессов с целью повышения эффективности эксплуатации залежи. Часто накопленный опыт оказывается недостаточным или противоречивым. В этом случае задачу решают с помощью эксперимента в лаборатории, который ставится с учетом специфики процесса в конкретных пластовых условиях залежей.

Поэтому лабораторные методы исследования процессов наряду с промышленными наблюдениями являются важным дополнительным средством изучения средств повышения их эффективности. Лабораторные исследования имеют свои положительные стороны. С их помощью, например, можно наблюдать влияние на нефтеотдачу многочисленных факторов отдельно и в совокупности. Важным положительным качеством лабораторного эксперимента является возможность повторения опытов с одной и той же моделью пласта при различных пластовых условиях. Поэтому лабораторные методы исследования пластовых процессов широко используются для совершенствования теории и практики технологических операций, используемых в промышленном деле.

Вместе с тем следует отметить, что лабораторные методы исследований имеют и крупные недостатки. Обычно в моделях мы схематизируем строение реального пласта и условия течения процесса. Схема всегда в той или иной степени отличается от реальности. И опыт тогда ценен, когда исследуемый процесс в модели протекает в принципе так же, как и в реальных пластовых условиях. Иначе говоря, при постановке опытов необходимо решить проблему выбора условий их проведения, достаточных для подобию модели и природы, и процессов, протекающих в них.

#### **3.4.2 Определение проницаемости в пластовых условиях**

##### **1. Описание установки ПУМА-650**

Для определения проницаемости в пластовых условиях необходимо учитывать несколько позиций. Это - литостатическое или горное давление, поровое давление и температура. Для создания данных условий используется автоматизированная

установка моделирования пластовых условий ПУМА-650 (Рис. 3.3), работающая под управлением специализированной программы «ТЕНАКОН-ПЛАСТ».

Установка предназначена для проведения исследований керн в условиях, моделирующих пластовые, в широком диапазоне задаваемых значений давлений и температур.

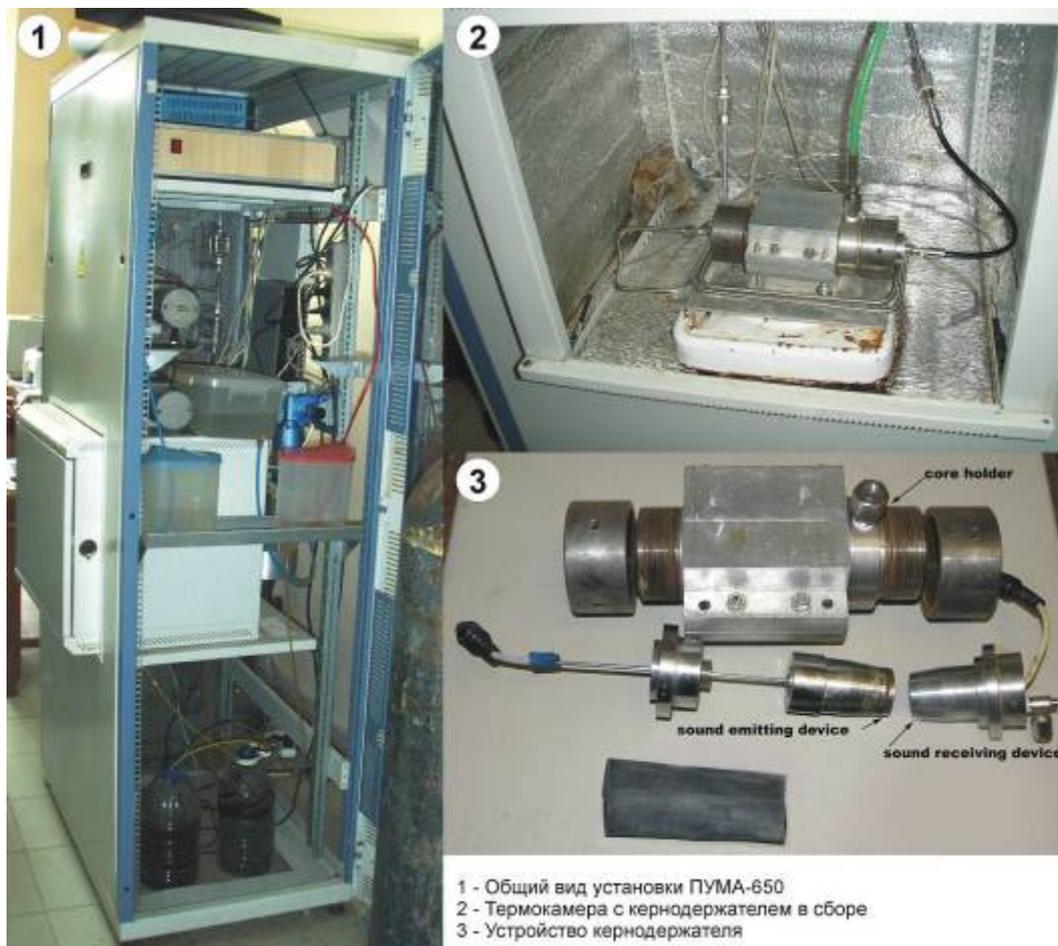


Рис. 3.3 Общий вид автоматизированной установки моделирования пластовых условий ПУМА-650 и ее составляющие

Установка позволяет определять следующие параметры:

- коэффициент открытой пористости;
- коэффициент сжимаемости порового пространства;
- коэффициент абсолютной проницаемости по жидкости в прямом и обратном направлениях;
- удельное электрическое сопротивление;
- скорости распространения продольных и поперечных упругих акустических волн.

Принцип действия установки основан на измерении пройденного через исследуемый образец объема рабочей жидкости при создании пластового и горного давлений в кернодержателе на образец, при постоянном перепаде давлений на входе и

на выходе в условиях заданного температурного режима, как в прямом, так и в обратном направлениях.

В установке конструктивно не предусмотрено одновременное проведение работ, связанных с измерением проницаемости и измерением скорости распространения акустических волн, удельного электрического сопротивления. В связи с этим порядок работы по определению фильтрационно-емкостных свойств исследуемого образца на установке разделен на два этапа:

1-й этап – определение проницаемости;

2-й этап – определение скорости распространения упругих акустических волн и удельного электрического сопротивления.

Задание и ввод необходимых условий фильтрации и геометрических размеров керна производятся с помощью управляющей программы «ТЕНАКОН-ПЛАСТ».

Схема установки для работы в прямом направлении приведена на Рис. 3.4.

Стандартный цилиндрический образец керна помещается в кернодержатель, схема которого приведена на Рис. 3.5.

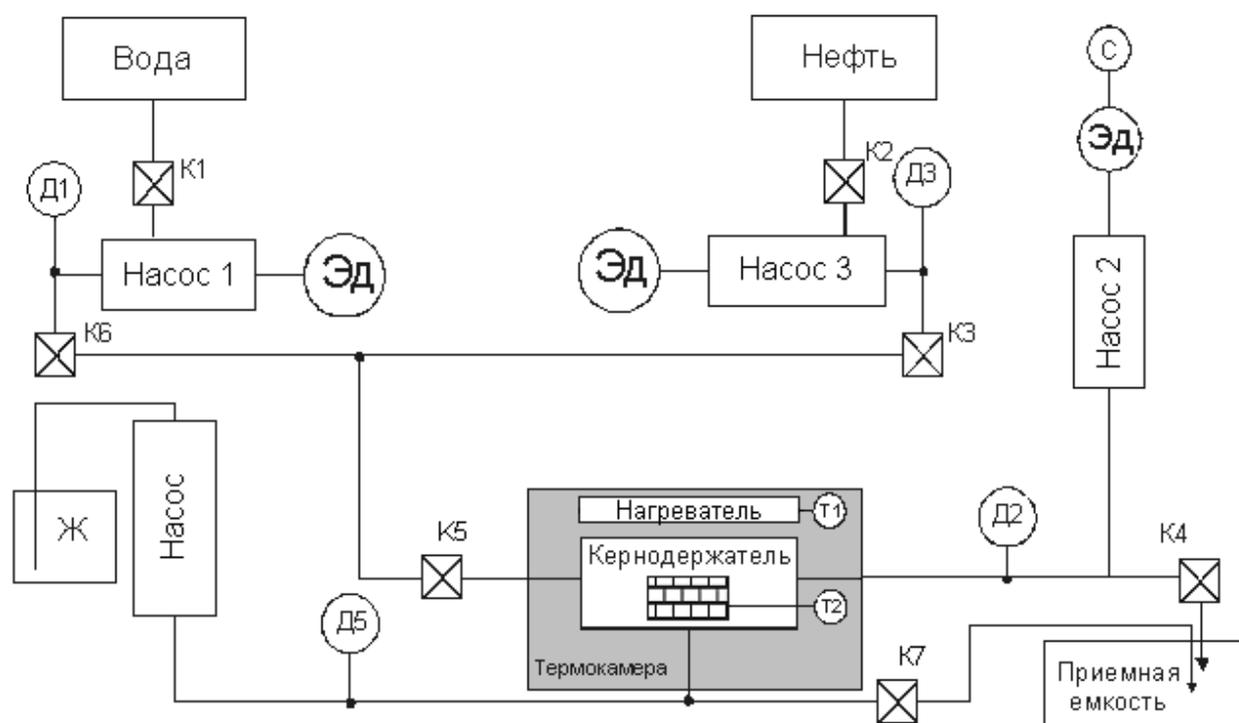
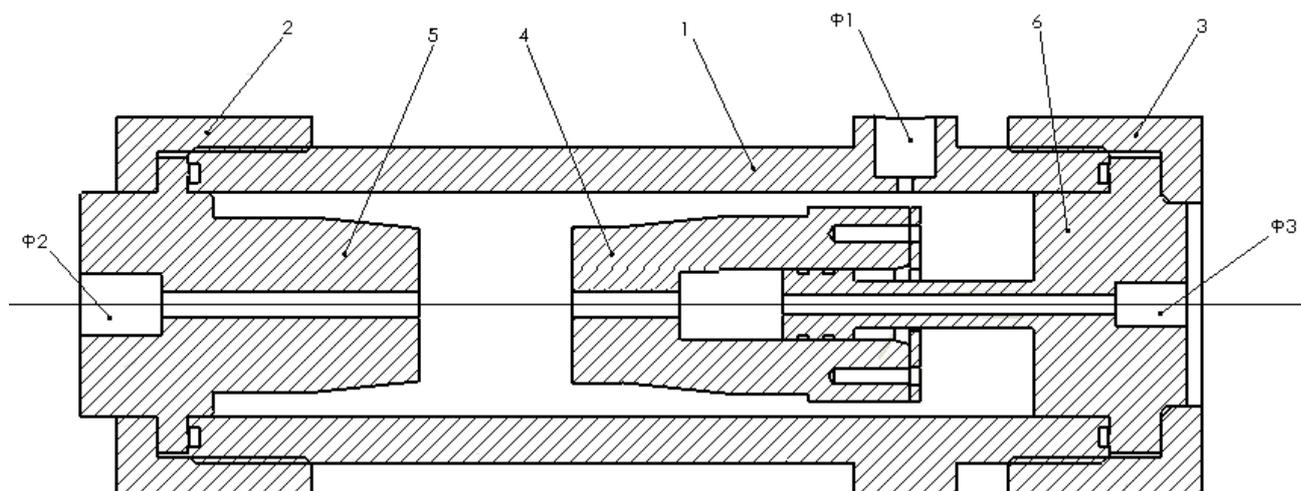


Рис. 3.4 Гидравлическая схема установки моделирования пластовых условий.

«Вода», «Нефть» – емкости с жидкостями. K1-K6 – шаровые краны. D1-D3, D5 – датчики давления. Эд – электродвигатели, С – счетчик оборотов. Ж – емкость с жидкостью для обжима. «Насос» – насос высокого давления на обжим. K7 – вентиль сбросовый.

T1, T2 – температурные датчики.



*Рис. 3.5 Схема кернодержателя для измерения проницаемости по жидкости. 1 – камера кернодержателя, 2,3 – крышки, 4,5 – поршни, 6 – шток, Ф1...Ф3 – фитинги (каналы) для создания давления*

Керн помещается в резиновую манжету и зажимается между поршнями 4 и 5 в камере 1 с помощью крышек 2 и 3. Фитинги Ф1...Ф3 служат для создания давлений рабочих жидкостей как между торцами образца, так и внешнего – на обжимающую резиновую манжету.

В качестве источников высокого давления на образец в установке используется гидронасосы 1 и 3. В качестве измерительного насоса – насоса противодействия - используется насос 2.

Термокамера создает в кернодержателе заданную пластовую температуру.

## **2 Порядок установки образца в кернодержатель для измерения проницаемости по жидкости**

1.1. Поместить цилиндрический образец керна в резиновую манжету кернодержателя.

1.2. Установить в резиновую манжету поршни 5 и 4 до соприкосновения с керном (Рис. 3.5).

1.3. Установить манжету с керном и поршнями в камеру 1.

1.4. Закрутить крышку 2 со стороны поршня 5.

1.5. Со стороны поршня 4 установить в резиновую манжету шток 6 до плотного соприкосновения с поршнем и закрутить крышку 3.

1.6. При помощи спецключей закрутить крышки 2 и 3 до упора. (Эту операцию лучше выполнять с помощью второго оператора.)

1.7. Установить собранный кернодержатель в термокамеру по направляющим штырям на нагревательный элемент.

1.8. Подсоединить трубки систем фильтрации и обжима к фитингам Ф1...Ф3 кернодержателя.

1.9. Вставить термодатчик в технологическое отверстие на поршне 5.

1.10. Программным путем задать гидравлическое давление обжима  $P_{об} = 400$  атм. и проверить качество сборки кернодержателя.

### **3 Порядок разборки кернодержателя**

2.1. Программным путем снять давление в гидравлических системах обжима и жидкостной фильтрации.

2.2. Выключить нагрев и дать остыть конструкции.

2.3. Отсоединить датчик температуры и соединительные трубки от кернодержателя.

2.4. Извлечь кернодержатель из термокамеры и разместить его на монтажном столе.

2.5. При помощи спецключей ослабить затяжку крышек 2 и 3 и открутить их вручную.

2.6. Извлечь резиновую манжету из камеры кернодержателя.

2.7. Извлечь из манжеты шток, поршни и образец керна.

2.8. Осмотреть манжету и в случае обнаружения дефектов – заменить.

2.9. Промыть манжету в воде.

### **4 Программное обеспечение установки**

К установке «Пума-650» прилагается управляющая программа «ТЕНАКОН-ПЛАСТ».

Рабочее окно программы «Установка моделирования пластовых условий», показано на Рис. 3.6. Окно «Данные по изучаемому образцу» - предназначено для предварительного ввода рабочих параметров, необходимых для проведения опыта. Параметры «Проницаемость» и «Пористость» не вводятся, их значения появляются автоматически после завершения опыта.

Окно «Параметры измерения образца» предназначено для ввода оператором значений, характеризующих условия опыта: пластовое давление, градиент давления, объем прокачиваемой жидкости. В этом окне производится также выбор направления фильтрации жидкости (прямая или обратная) и критерия остановки измерений (по времени проведения эксперимента либо по объему прокаченной жидкости).

Кнопка «Запуск измерения» предназначена для осуществления запуска измерения в автоматическом режиме, согласно установленным параметрам.

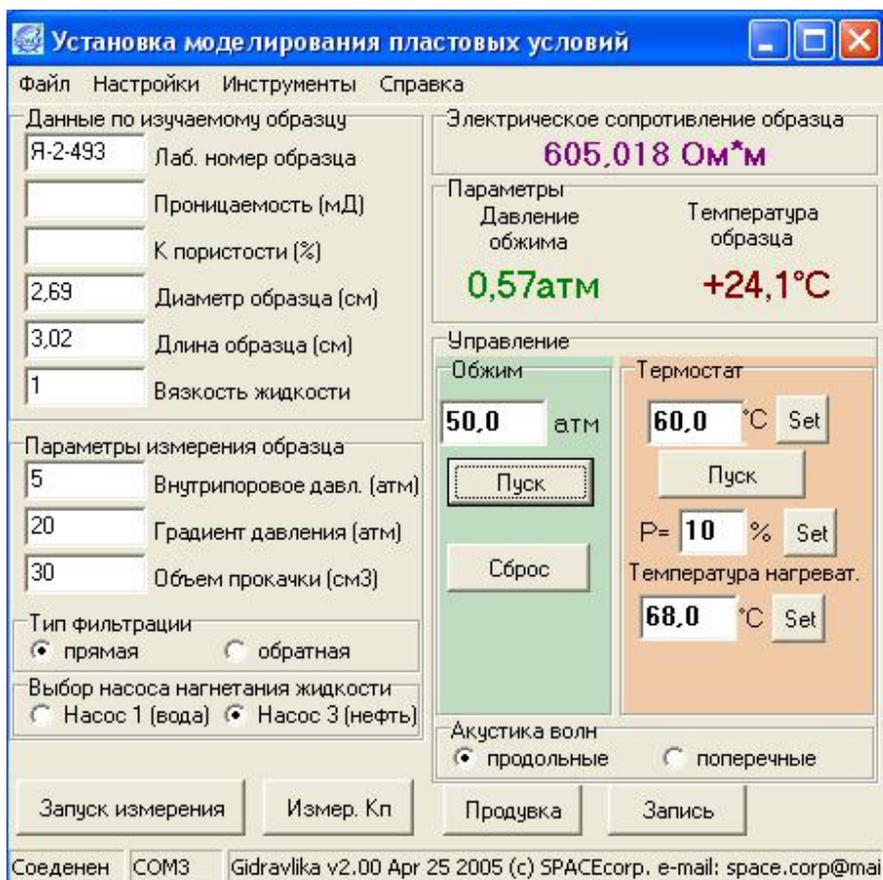


Рис. 3.6 Главное окно управляющей программы «ТЕНАКОН-ПЛАСТ»

В нижней части окна программы расположены кнопки «Продувка», «Запись», «Измер. Кп» и «Запуск измерений».

- Кнопка «Продувка» используется при операции извлечения образца.

- Кнопка «Запись» используется для фиксации значений давления обжима, температуры керна, значений удельного электрического сопротивления керна и скорости распространения упругих акустических волн. В подменю «Акустика волн» выбирается вид акустических волн: продольные или поперечные.

- Кнопка «Измер. Кп» используется при измерении пористости образца.

В верхней правой части окна расположено подменю «Параметры».

В окне отображаются изменяющиеся во времени значения давления обжима, температуры образца и электрического сопротивления образца в текущий момент времени.

Подменю «Управление» включает в себя два окна: «Обжим» и «Термостат».

В окне «Обжим» вводится значение устанавливаемого давления обжима. Кнопка «Пуск» осуществляет запуск насоса высокого давления. Контроль процесса создания горного давления полностью автоматизирован, и по достижении заданного значения давления процесс набора прекращается. Кнопка «Сброс» осуществляет сброс давления обжима по завершению опыта.

Подменю «Термостат». В верхнем окне подменю задается значение необходимой температуры образца. В окне «P=» задается значение требуемой мощности нагревателя в процентах от максимальной мощности, необходимой для поддержания достигнутой температуры образца. Окно «Температура нагревателя» служит для установки значения максимальной температуры нагревателя (не более 110°C). Кнопки «Set» служат для фиксации набранных параметров термостата. Кнопка «Пуск» осуществляет запуск нагрева термостата.

Окно «Выбор насоса нагнетания жидкости» предназначено для установления типа рабочей жидкости: вода – нефть.

## **5 Описание работы установки в режиме определения фильтрационных свойств керна**

Принципы работы насосов идентичны, и поэтому рассмотрим работу фильтрационной системы на примере работы с насосом 1. В зависимости от выбранного типа рабочей жидкости насос 2 работает совместно с насосом 1, или с насосом 3.

После нажатия в окне программы кнопки «Запуск измерения» начинают выполняться следующие операции:

1. Приводится в рабочее состояние насос №2 - в случае необходимости он переводится в положение «Минимальный объем» - исходное положение.

2. Начинается нагнетание фильтрующей жидкости в насос №1. По достижении заданного значения давления (значения давления и перепада определяются пластовыми условиями испытания скважины, из которой был отобран данный образец керна) производится открытие клапана (вентиля) К6, закрывание К1 и прокачивание жидкости через образец. Прокачивание производится до тех пор, пока значение давления по датчику 2 не сравняется с заданным значением. После чего закрывается клапан 6, открывается клапан 1 и поршень насоса 1 перемещается в положение «Максимальный объем». Тем самым производится закачка рабочей жидкости в полость насоса 1.

3. После остановки двигателя насоса выдерживается пауза, необходимая для поступления жидкости в рабочую полость насоса. Клапан 1 закрывается, и насос 1 начинает нагнетать рабочее давление, равное заданному + заданный перепад. Достигнув этого давления, открывается клапан 6. Насос 2 переходит в режим отслеживания заданного рабочего давления (измеряет внутренний объем рабочей полости). Насос 1 продолжает нагнетать давление и удерживает заданный перепад давления.

4. Гидроцилиндр насоса 2 начинает совершать поступательное движение в сторону увеличения внутреннего объема рабочей полости. Это изменение объема ре-

гистрируется высокоточным преобразователем угла перемещений. По завершении работы закрывается клапан 6, и образец находится под избыточным пластовым давлением до следующего эксперимента или операции по извлечению образца.

#### **6 Определение фильтрационных свойств керна (проницаемости по жидкости)**

1. Подготовить кернодержатель к исследованиям согласно п.1.
2. Для проверки герметичности системы установить в рабочем окне программы значение давления обжима в диапазоне 50 – 100 атм и нажать кнопку «Пуск».
3. Установить пластовое значение температуры нагрева кернодержателя. (Нажать на кнопку «Set».
4. Установить значение температуры нагревателя из расчета – заданная пластовая температура, плюс  $(10 \div 12)^\circ\text{C}$  - и нажать на кнопку «Set».
5. Заполнить паспорт образца и параметры измерения в рабочем окне программы путем внесения необходимых значений: вязкости рабочей жидкости, объема прокачиваемой жидкости (рекомендуется назначать объем прокачиваемой жидкости, равный 2-5 объемам пор образца), заданного порового давления и его перепада.
6. Выбрать точку отсчета измерения фильтрации «по объему».
7. Дождаться достижения температуры кернодержателя пластового значения, установить в рабочем окне программы заданное давление обжима.

**ВНИМАНИЕ!** Запрещается устанавливать значение максимального давления обжима без выхода на заданный температурный режим.

8. Нажать на кнопку «Запуск измерения».
9. Дождаться окончания измерений. В всплывающем окне программы обозначатся: два значения проницаемости, реальная величина объема прокаченной через образец жидкости, среднее значение перепада давления на входе и на выходе из образца.

Проницаемость 1 представляет собой интегральное значение проницаемости в течение всего опыта, в зависимости от объема прокачиваемой жидкости. Проницаемость 2 представляет собой среднее дискретное значение проницаемости по всему временному интервалу фильтрации жидкости. Все текущие дискретные и интегральные значения проницаемости сохраняются в текстовом формате файла с целью дальнейшей обработки результатов измерений.

10. Нажать на кнопку «Выход» на всплывшем окне.
11. При необходимости смены условий проведения экспериментов необходимо внести изменения в графах рабочего окна программы и повторить измерения.

12. Извлечь образец из кернодержателя.

### Список литературы к главе 3

1. Гиматудинов Ш.К. Физика нефтяного пласта. М.: Гостоптехиздат, 1963.
2. ГОСТ 26450.2-85 Породы горные. Метод определения коэффициента абсолютной газопроницаемости при стационарной и нестационарной фильтрации.
3. Кобранова В.Н. Петрофизика. Учебник для вузов. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1986. – 392 с.
4. Котяхов Ф.И. Физика нефтяных и газовых коллекторов. М.: Недра, 1977.
5. Методы исследования пород коллекторов. М.: ВНИГНИ, 1970.
6. ОСТ 39-235-89 Нефть. Метод определения фазовых проницаемостей в лабораторных условиях при совместной стационарной фильтрации.

## 4 Остаточная водонасыщенность и капиллярное давление горных пород

### 4.1 Остаточная водонасыщенность

Состояние остаточной воды и начальное распределение нефти, газа и воды в пористой среде пласта определяются многочисленными свойствами пористой среды и пластовых жидкостей — структурой порового пространства, составом пород, физико-химическими свойствами пород и пластовых жидкостей, количеством и составом остаточной воды и т. д.

Под коэффициентом остаточной водонасыщенности ( $K_{ов}$ ) понимают долю объема остаточной воды ( $V_{в.ост}$ ) в объеме порового пространства ( $V_{п}$ ):

$$K_{ов} = V_{в.ост} / V_{п}.$$

Начальное распределение нефти, остаточной воды и газа в пористой среде пласта влияет на процессы движения нефти в пористой среде и вытеснения ее водой из пласта. Если остаточная вода в пласте в виде тонкой пленки покрывает поверхность поровых каналов, то поверхность твердой фазы остается гидрофильной. Если же пленка воды отсутствует, то нефть непосредственно контактирует с твердой поверхностью и вследствие адсорбции поверхностно-активных веществ нефтей поверхность поровых каналов коллектора становится в значительной степени гидрофобной. Следовательно, формы существования остаточной воды необходимо учитывать во всех процессах, в которых молекулярные характеристики поверхности твердой фазы имеют существенное значение.

Распределения остаточной воды в поровом пространстве существенно влияют на фазовые проницаемости породы для нефти, воды и газа. Многие другие ха-

рактеристики пласта: смачиваемость пород жидкостями, интенсивность капиллярных процессов, количество нефти, остающейся в поровом пространстве пласта после истощения пластовой энергии и др., - также зависят от первоначального распределения жидкостей в пласте.

Предполагается, что породы большинства нефтяных и газовых коллекторов были изначально заполнены и смочены водой, а нефть появилась в пласте в более поздний период. Вода, первоначально заполнявшая породу, не могла быть удалена полностью из пласта при образовании залежи. Часть ее осталась в виде погребенной воды.

Несмотря на наличие различных мнений, касающихся вида остаточной воды, находящейся в пористой среде, большинство исследователей приходит к заключению о существовании:

- 1) *капиллярно-связанной воды* в узких капиллярных каналах, где интенсивно проявляются капиллярные силы;
- 2) *адсорбционной воды*, удерживаемой молекулярными силами у поверхности твердого тела и прочно связанной с частицами пористой среды (свойства адсорбированной воды значительно отличаются от свойств свободной воды);
- 3) *пленочной воды*, покрывающей гидрофильные участки поверхности твердой фазы;
- 4) *свободной воды*, удерживаемой капиллярными силами в дисперсной структуре (ограничивается менисками на поверхностях раздела вода — нефть, вода — газ).

Вначале предполагалось, что остаточная вода вследствие гидрофильных свойств нефтесодержащих пород покрывает всю поверхность каналов пористой среды. Однако, как показали исследования, закономерности распределения связанной воды имеют более сложный характер. Состояние остаточной воды в нефтяном и газовом пластах определяется физико-химическими свойствами жидкостей. Чаще всего сплошная пленка воды между нефтью и твердой фазой отсутствует, и большая часть остаточной воды находится в капиллярно удержанном состоянии. При этом от свойств воды в большой степени зависит состояние связанной воды. С увеличением концентрации солей в минерализованной остаточной воде, первоначально заполнявшей керн, увеличивается степень гидрофобизации твердой фазы нефтью. Устойчивые пленки воды на поверхности твердого тела возникают только при очень низком значении поверхностного натяжения между водой и нефтью, при слабой минерализации воды. На этом основании можно предполагать, что в пластах, содержащих высокополярные нефти и слабоминерализованные сильнощелочные оста-

точные воды, последние находятся в капиллярно-удержанном и пленочном состоянии.

Общее количество различных форм остаточной воды в породе зависит также от состава и физических свойств пород (с увеличением проницаемости количество остаточной воды в породе уменьшается) и пластовых жидкостей.

Основным методом оценки остаточной водонасыщенности является прямое определение количества воды в керне, отобранном из скважин, пробуренных на безводном растворе.

К косвенным методам относятся лабораторные опыты по искусственному моделированию содержания остаточной воды одним из следующих методов:

- 1) капилляриметрический,
- 2) центрифугирования,
- 3) испарения,
- 4) капиллярной вытяжки.

Необходимо отметить, что наиболее надежным для оценки содержания остаточной водонасыщенности является прямой метод. Сопоставление результатов оценки остаточной водонасыщенности, полученной прямыми и косвенными методами, показывает, что в ряде случаев значения  $K_{ов}$ , определенные этими методами, значительно расходятся.

## ***4.2 Определение остаточной водонасыщенности методом капилляриметрии***

### **4.2.1 Описание капилляриметра УГК-1**

Метод заключается в измерении содержания воды в капилляриметрической установке с полупроницаемой мембраной при вытеснении воды из образца нефтью или воздухом. В таком опыте моделируется процесс вытеснения воды при заполнении ловушки нефтью или газом, вследствие чего способ иногда называют способом восстановления начального состояния системы.

Для проведения капилляриметрических исследований предлагается использование установки УГК-1 (Рис. 4.1). Установка состоит из блока регулирования давления газа «БРД» (поз. 1), к которому с одной стороны подключаются капилляриметр (поз. 2) и ресивер, а с другой стороны - источник давления (компрессор или газовый баллон) (Рис. 4.2).



Рис. 4.1 Общий вид установки УГК-1. 1-блок регулировки давления газа, 2-капилляриметр

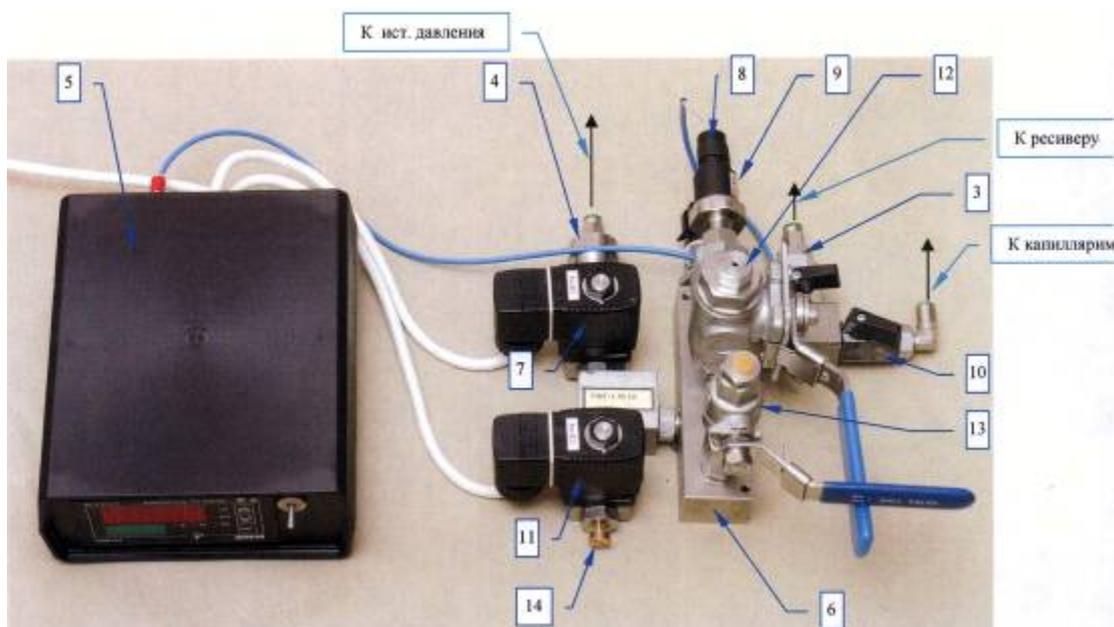


Рис. 4.2 Блок регулировки давления газа. 3, 10, 12, 13- шаровые краны, 4 - газовый фильтр, 5 - устройство управления (УУ), 6 –манифольд, 7, 11 - электромагнитные клапаны, 8, 9 - датчики давления, 14 – клапан сброса давления

Ресивер подключен через шаровой кран (поз. 3), а источник давления - через редуктор давления и газовый фильтр (поз. 4). Блок «БРД» состоит из устройства управления (5), выполненного на базе микропроцессорного измерителя и манифольда - распределителя давления (поз. 6). С манифольдом соединены: электромагнитные клапана (поз. 7 и 11), два датчика давления (поз. 8 - Д1 и поз. 9 - Д2) и четыре шаровых крана (поз 3, 10, 12, 13). Электромагнитный клапан (поз. 7) служит для создания требуемого давления и поддержания его нижнего уровня, в то время как электромагнитный клапан (поз. 11) ограничивает его верхний уровень. Повышение давления в капилляриметре возможно с ростом окружающей температуры в процессе проведения опыта. Шаровые краны (поз. 3 и 10) служат для отсечения ресивера и капилляриметра от магистрали рабочего давления манифольда и дают возможность сбрасывать или поднимать давление в вышеуказанных устройствах независимо друг от друга. Шаровой кран (поз. 13) «Сброс» служит для сброса давления в магистрали

рабочего давления и соответственно - в подключенных к ней в данный момент устройствах. Выбор датчика давления и соединение его с магистралью рабочего давления происходит с помощью трехходового крана (поз. 12), положение рукоятки которого определяет этот выбор. Этой же рукояткой производится и соответствующее электрическое подключение датчиков с помощью микропереключателей, расположенных на корпусе крана Тумблер Т1 на лицевой панели блока БРД позволяет отключать электромагнитные клапана блока давления.

Внутреннее устройство капилляриметра показано на Рис. 4.3

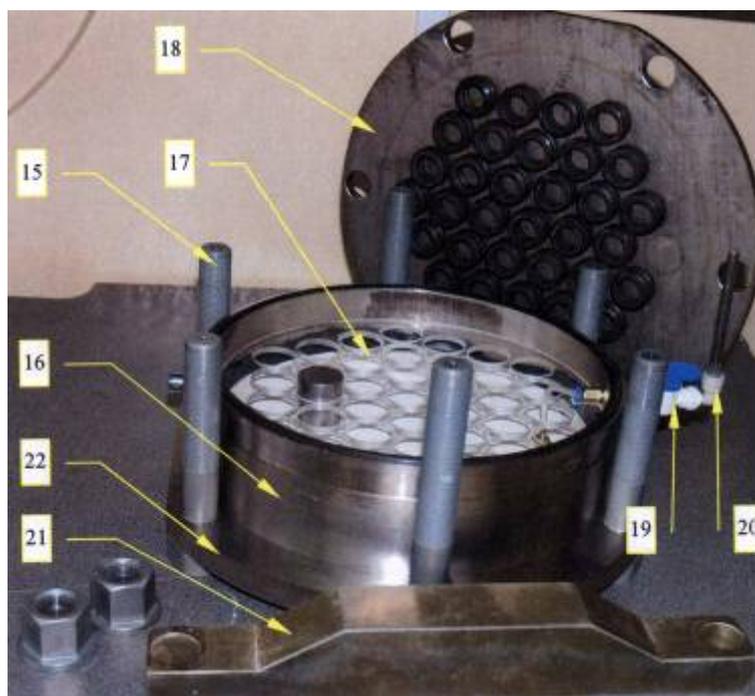


Рис. 4.3 Капилляриметр. 15 - стяжной болт, 16 – цилиндр, 17 – сепаратор, 18 – крышка, 19 - выходной кран, 20 – фитинг, 21 – поперечина, 22 - основание

На дне капилляриметра находится полупроницаемая мембрана, которая до определенного времени пропускает воду, но не пропускает газ.

#### 4.2.2 Принцип работы установки

Принцип работы установки основан на вытеснении жидкости из поровых каналов горных пород избыточным давлением. Известно, что высота подъема жидкости в капилляре равна:

$$h = 2\sigma \cos\theta / (\delta_{ж} g r_k), \text{ где:}$$

$\sigma$  - поверхностное натяжение;

$\theta$  - угол смачиваемости;

$\delta_{ж}$  - плотность жидкости;

$g$  - ускорение свободного падения;

$r_k$  - радиус капилляра.

Под действием избыточного давления ( $P$ ), создаваемого в объеме капилляриметра, высота подъема жидкости в капиллярах понижается на величину:

$$h_2 = P / (\delta_{ж} g).$$

Жидкость, вытесняемая из порового пространства образца, проходит через капилляры мембраны и по каналам оттока выводится наружу капилляриметра.

Методика моделирования остаточной водонасыщенности состоит в следующем:

Образцы породы, высушенные до постоянной массы, взвешивают на аналитических весах ( $m_1$ ). Затем их насыщают раствором, моделирующим пластовую воду, и повторно взвешивают на воздухе ( $m_2$ ).

По полученным данным, учитывая, что плотность воды равна единице, определяют полную водонасыщенность образцов  $K_{в100\%}$  (ед. объема) как

$$K_{в100\%} = m_2 - m_1.$$

На подготовленную (см. ниже) и установленную в капилляриметр мембрану помещают образцы зерна. В бюретке, установленной на выходе капилляриметра для индикации процесса вытеснения жидкости, устанавливают нулевой уровень и подают начальное давление вытеснения. Давление поддерживают до тех пор, пока мениск в бюретке не установится. После этого образцы вынимают, взвешивают, определяют массу  $m_2$  и вновь устанавливают в капилляриметр. Подают давление следующей ступени - и так до достижения максимального давления, зависящего от свойств полупроницаемой мембраны.

На основании полученных данных вычисляют коэффициент остаточной водонасыщенности образцов:

$$K_{ов} = K_{в} / K_{в100\%}.$$

В начале и конце каждой ступени измеряют электрическое сопротивление (см. гл. 7.1).

Таким образом, определение капиллярного давления и остаточной водонасыщенности пород заключается в повторении нескольких циклов с последовательным увеличением давления в камере капилляриметра. Ход выполнения работ в рамках одного такого цикла приводится далее.

### 4.2.3 Порядок проведения работы

Перед началом работы необходимо подготовить и установить в капилляриметр мембрану.

**Подготовка мембраны.** Сухую мембрану перед использованием необходимо увлажнить. Для этого на поверхность мембраны наливается дистиллированная вода так, чтобы она покрыла ее на максимальную глубину, которую допускает наружный край бутиловой диафрагмы, и выдержать в течение нескольких часов. Для заполнения пор мембраны требуется примерно 150 мл воды.

Далее мембрана насыщается раствором, минерализация которого соответствует минерализации жидкости в исследуемых образцах. Для этого:

Насыщающий раствор наливают на поверхность мембраны, до максимально возможного уровня, закрывают капилляриметр крышкой, совместив метку на крышке с выходным краном на корпусе капилляриметра, устанавливают поперечину и равномерно затягивают гайки до плотного прилегания крышки к торцу цилиндра. Кран «Сброс» закрывается, ресивер отсекается, и капилляриметр подключается к магистрали манифольда. Выбирается датчик давления (Д1 или Д2) и задается величина давления вытеснения, не превышающая максимально допустимую для данной мембраны (тумблер Т1- «клапан» не включать!).

Устанавливается на выходе редуктора источника давления:  
при работе с датчиком Д1 - давление, превышающее рабочее на  $(0.5 - 1.0) \text{ кг/см}^2$ ,  
при работе с датчиком Д2 - давление, превышающее рабочее на  $(1.0 - 2.0) \text{ кг/см}^2$ .

При этом учитывается, что чем меньше будет превышение входного давления над заданным, тем меньше ошибка регулирования. При задании рабочего давления менее  $6 \text{ кг/см}^2$  можно использовать в качестве источника давления компрессор (это способствует экономии расхода газа из баллона), а при более высоком давлении - баллон со сжатым газом. Включается тумблер Т1. На индикаторе красного цвета «УУ» наблюдается подъем давления в рабочей магистрали манифольда. При достижении давлением величины уставки (зеленый индикатор), Электромагнитный Клапан-1 должен отключиться.

С ростом давления в капилляриметре начнется сброс воздуха через выходные трубки. Этот поток воздуха вызван сжатием резинового экрана мембраны, но через несколько минут отход воздуха прекратится, и начнется постоянный поток раствора. После того, как весь раствор, находящийся на мембране, пройдет через пластину, поток его прекратится, а мембрану можно считать насыщенной данным раствором.

Отключите Т1, откройте кран «Сброс» и крышку капилляриметра. Установка готова к работе.

**Выполнение работы.** На дно основания (Рис. 4.3, поз. 22) помещается тонкостенный диск из сетки. Мембрана проверяется на отсутствие повреждений и устанавливается в капилляриметр. Трубочка, связанная с выходным штуцером мембраны, подсоединяется к фитингу (поз. 20) на боковой поверхности цилиндра (поз. 16), который связан с каналом оттока жидкости. Открывается выходной кран (поз. 19). Выходной фитинг разворачивается микробюреткой вниз.

Выбирается датчик давления, и задается величина давления вытеснения, соответствующего первой ступени исследования (тумблер Т1- «клапан» не включать!).

На поверхность мембраны помещается вырезанный по ее диаметру лист фильтровальной бумаги и слегка смачивается раствором, который был использован при насыщении мембраны.

Устанавливается сепаратор так, чтобы горизонтальная выборка на его боковой поверхности вошла в фитинг (выступ) на внутренней поверхности капилляриметра.

Быстро устанавливаются в ячейки сепаратора предварительно подготовленные образцы, капилляриметр накрывается крышкой и равномерно затягиваются гайки.

Закрывается вентиль «Сброс» (Рис. 4.2, поз. 13) переводом его рукоятки в горизонтальное положение. Подключается ресивер к рабочей магистрали шаровым краном (поз. 3).

Устанавливается нужное давление на выходе редуктора источника давления. Включается тумблер Т1.

Периодически, в процессе вытеснения жидкости, определяется скорость ее вытеснения по микробюретке. Для этого необходимо повернуть выходной фитинг микробюреткой вверх, установить нулевой уровень мениска раствором добавлением раствора через верх микробюретки и засечь время подъема раствора на определенную высоту.

После выдержки образцов керн при заданном давлении вытеснения времени, когда скорость вытеснения жидкости будет равна нулю, образцы должны быть извлечены для взвешивания.

Для извлечения образцов необходимо извлечь образцы из камеры капилляриметра по следующей схеме:

Отключить тумблер Т1, закрыть кран ресивера (поз. 3) с целью экономии расхода газа при переходе со ступени на ступень при повышении давления. Закрыть краник канала оттока (поз. 19), повернуть выходной фитинг микробюреткой вниз в

сосуд с раствором, перевести рукоятку крана «Сброс» (поз. 13) вверх. Проследить по красному индикатору «УУ» процесс сброса давления. Когда давление упадет до величины, близкой к нулю, открыть крышку капилляриметра. Образцы переместить в герметичные кюветы, а капилляриметр закрыть крышкой для уменьшения испарения жидкости с поверхности мембраны и открыть краник канала оттока (поз. 19).

Исследование на следующей ступени давления необходимо начинать при предыдущих значениях уставок давления, и когда оно достигнет прежних значений, открыть кран, соединяющий ресивер с рабочей магистралью, и задать новое, более высокое давление следующей ступени исследования.

После окончания работы на последней ступени давления необходимо подключить к магистрали манифольда емкости, находящиеся под давлением (ресивер и капилляриметр), отключить тумблер Т1 и сбросить давление в магистрали с помощью крана «Сброс».

**Обработка результатов.** На основании полученных данных вычисляют коэффициент текущей и остаточной водонасыщенности образцов, рассчитывают параметры пористости и насыщенности, а также строят кривые зависимости  $P = f(K_{ОВ})$  (Рис. 3.4).

Форма записи данных при определении остаточной водонасыщенности и кривых капиллярного давления выглядит следующим образом:

№ образца	Кп, %	Объем пор, см <sup>3</sup>	Объем жидкости при 100% насыщенности	Сопrotивление при 100% насыщенности	Номер этапа, $i$	Давление, $P_i$ атм	Масса образца $m_i$ , г	Сопр. обра. Омм
Ур-27	17	4,33	4,25	103	1	0.1	70.32	
					2	0.2	68.96	
					...	...	...	
					20	15	58.13	

#### **4.3 Определение остаточной водонасыщенности методом центрифугирования**

Измерение остаточной водонасыщенности методом центрифугирования заключается в помещении насыщенного образца породы в поле с ускорением, в  $e$  раз превосходящее ускорение свободного падения, под воздействием которого происходит его гравитационное обезвоживание. Значение  $e$  рассчитывается по следующей формуле:

$$e = \omega^2 r_{вр} / g,$$

Где  $r_{вр}$  - радиус вращения образца,  $\omega$  - угловая скорость,  $g$  - ускорение свободного падения ( $\sim 9,81 \text{ м}^2/\text{с}$ ).



Рис. 4.4 Кривые капиллярного давления. Шифр кривых – номер образца

Исходя из расчета угловой скорости  $\omega = 2 \pi r n / 60$ ,  $e$  будет равно:

$$e = 1,11 \cdot 10^5 r_{вр} n^2,$$

где  $n$  - число оборотов центрифуги.

Способ центрифугирования определения остаточной воды достаточно быстр и точен. Так, для образцов песчаных пород создается давление вытеснения до  $3 \text{ кгс}/\text{см}^2$ , что обеспечивает удаление из них в основном только свободной воды и получение остаточной водонасыщенности, близкой к определяемой капилляриметрическим методом.

Образцы породы (стандартные цилиндры), высушенные до постоянной массы, взвешивают на аналитических весах ( $M_1$ ). Затем их насыщают раствором, модели-

рующим пластовую воду, повторно взвешивают на воздухе ( $M_2$ ) и измеряют их сопротивление.

По полученным данным определяют полную водонасыщенность образцов.

$$K_{в100\%} = M_2 - M_1.$$

### Проведение исследований

Подбирают образцы в пары так, чтобы их масса была почти одинаковой, и помещают в стаканчики, которые устанавливаются в центрифугу напротив друг друга. Пробами должны быть заполнены все стаканчики.

Образцы уравнивают, добавляя разновесы. Пробы, взятые для одновременной загрузки, должны иметь примерно одинаковую проницаемость.

Центрифугируют образцы при выбранном режиме - центрифугу включают и разгоняют ее до необходимой скорости вращения. Подбор скорости вращения определяется по формуле:

$$P = 1,11 \cdot 10^5 \cdot \Delta \delta \cdot r_{вр} \cdot n^2 \cdot h,$$

где  $P$  – расчетное капиллярное давление,  $\Delta \delta$  – разница плотностей двух фаз (в нашем случае жидкости насыщения и воздуха, т.е. приблизительно равна плотности жидкости насыщения),  $h$  – высота образца.

Через 30 мин (время пуска и остановки не учитывается) останавливают центрифугу, вынимают образцы из стаканчиков, взвешивают образцы с остаточной водой ( $M_3$ ) и измеряют их сопротивление.

Рассчитывают коэффициент насыщения пород остаточной водой по формуле:

$$K_{ов} = V_{ост}/V_{пор} = (M_3 - M_1)/(M_2 - M_1),$$

Где  $V_{ост}$  – объем оставшейся в поровом пространстве воды,  $V_{пор}$  – объем пор образца. Величина плотности жидкости насыщения не влияет на результат, т.к. она в обоих случаях одна и та же.

Форма записи данных при определении остаточной водонасыщенности выглядит следующим образом:

№ образца	Масса сухого образца $M_1$ , г	Масса насыщенного образца $M_2$ , г	Сопротивление до центрифугирования, $\rho_1$ Ом	Масса образца после центрифугирования $M_3$ , г	Сопротивление после центрифугирования $\rho_2$ , Ом	$K_{ов}$ %
У-65	46,456	65,856	150	58,325	205	38

### Список литературы к главе 4

1. Гиматудинов Ш.К. Физика нефтяного пласта. М.: Гостоптехиздат, 1963.

2. Гудок Н.С. Изучение физических свойств пористых сред. М.: Недра, 1970.

3. ОСТ 39-204-86 Нефть. Метод лабораторного определения остаточной водонасыщенности коллекторов нефти и газа по зависимости насыщенности от капиллярного давления.

4. Ханин А.А. Породы-коллекторы нефти и газа и их изучение. М.: Недра, 1969.

## 5 Определение смачиваемости пород и краевой угол

Величину поверхностного натяжения твердого тела непосредственно измерить трудно. Поэтому для исследования процессов взаимодействия твердых тел с жидкостями и газом пользуются косвенными методами изучения поверхностных явлений, протекающих на контактах между твердыми и жидкими телами.

К таким методам относятся измерение работы адгезии (работа, которую надо затратить, чтобы оторвать твердое тело от жидкости в направлении нормали к поверхности раздела), исследование теплоты смачивания, углов избирательного смачивания и т. д.

Если на поверхность твердого тела нанести каплю жидкости, то под действием молекулярных сил она растекается по поверхности твердого тела и принимает форму линзы.

Угол  $\theta$ , образованный касательной к капле в точках соприкосновения трех фаз (Рис. 5.1), зависит от поверхностных натяжений  $\sigma_{1,2}$ ,  $\sigma_{1,3}$  и  $\sigma_{2,3}$  на разделах фаз 1—3, 1—2 и 2—3 (принято условно обозначать цифрой 1 водную фазу, цифрой 2 - углеводородную жидкость или газ и цифрой 3 - твердое тело). Угол всегда отсчитывают от касательной в сторону фазы.

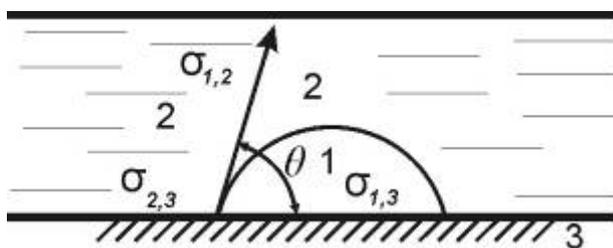


Рис. 5.1 Схема действия молекулярных сил на каплю жидкости на поверхности твердого тела

Различают равновесные и неравновесные краевые углы. Неравновесных краевых углов может быть множество, так как они измеряются в условиях отклонения системы от состояния термодинамического равновесия. Равновесные краевые углы  $\theta$  определяются только значениями поверхностных натяжений на границах раздела

всех трех фаз и рассчитываются на основе баланса сил. Для каждой системы при данных внешних условиях  $\theta$  имеет только одно значение.

Из условия равновесия векторов получим:

$$\sigma_{2,3} = \sigma_{1,3} - \sigma_{1,2} \cos\theta,$$

откуда

$$\cos\theta = (\sigma_{2,3} - \sigma_{1,3})/\sigma_{1,2}.$$

В этих уравнениях величины  $\sigma_{1,3}$  и  $\sigma_{2,3}$  практически неизвестны. Поэтому о соотношении поверхностных натяжений  $\sigma_{1,3}$  и  $\sigma_{2,3}$  (т. е. о процессах, происходящих на границе твердого тела с другими фазами) судят по углу  $\theta$ , который служит мерой смачивания жидкостями поверхности твердого тела и, следовательно, представляет косвенную характеристику взаимодействия твердого тела с другими фазами.

Величина  $\theta$ , если исключить влияние силы тяжести, не зависит от размеров капли и определяется лишь молекулярными свойствами поверхности твердого тела и соприкасающихся фаз. Поэтому, исходя из теории поверхностных явлений, можно установить связь краевого угла смачивания  $\theta$  с поверхностным натяжением между твердым телом и жидкостью. Например, поверхность должна лучше смачиваться той жидкостью, которая обладает меньшей разностью полярностей между твердым телом и жидкостью, т. е. меньшей величиной поверхностного натяжения на их разделе.

Высокополярные жидкости, т. е. жидкости с высоким поверхностным натяжением, хуже смачивают твердую поверхность, чем жидкости малополярные (т. е. обладающие меньшим поверхностным натяжением). Например, такая высокополярная жидкость, как ртуть, смачивает только некоторые металлы; вода — жидкость, менее полярная, чем ртуть, поэтому вода смачивает, кроме металлов, многие минералы и кристаллические соли; малополярные масла смачивают на границе с воздухом все известные твердые тела.

Если поверхностное натяжение на границе твердое тело — газ больше, чем поверхностное натяжение на границе твердое тело — жидкость, то краевой угол  $\theta < 90^\circ$ , поверхность твердого тела является лиофильной (при смачивании водой — гидрофильной). К материалам с гидрофильной поверхностью относятся, например, кварц, стекло, оксиды металлов. Жидкость не смачивает поверхность, если  $\sigma_{2,3} < \sigma_{1,3}$  и  $\theta > 90^\circ$ . В этом случае поверхность является лиофобной (гидрофобной). К материалам с гидрофобной поверхностью относятся металлы, у которых поверхность

не окислена, большинство полимеров, а также все органические соединения, обладающие низкой диэлектрической проницаемостью.

По величине угла избирательного смачивания, образующегося при контакте воды, нефти и породы, наряду с другими параметрами можно судить о качестве вод и их отмывающей и нефтewымывающей способности. Лучше отмывают нефть воды, хорошо смачивающие породу. Поэтому изучению явлений смачивания в нефтепромысловом деле уделяется очень большое внимание.

Природу поверхности твердого тела, а значит, и характер контактного, взаимодействия его со смачивающей жидкостью можно изменить путем модифицирования поверхности, например, проводя ее химическую обработку. Один из широко распространенных способов изменения состава поверхностных слоев основан на адсорбции на них поверхностно-активных веществ (ПАВ). Адсорбционное модифицирование твердых поверхностей проводят либо из водных растворов, либо из органических растворителей. В результате адсорбции ПАВ изменяется не только значение  $\theta$ , но и скорость растекания смачивающей жидкости.

Влияние ПАВ на смачивание зависит от того, на какой поверхности раздела фаз они адсорбируются. Молекулы ПАВ могут адсорбироваться как на твердой поверхности, так и на границе раздела жидкость-газ. Если поверхность твердого тела гидрофобная, то из водных растворов ПАВ адсорбируются и на твердой поверхности, и на границе раствор — воздух. В результате значения  $\sigma_{1,3}$  и  $\sigma_{2,3}$  уменьшаются, и поверхность твердого тела смачивается лучше. С увеличением адсорбции ПАВ твердая поверхность становится менее гидрофобной, происходит так называемая гидрофилизация поверхности.

В результате адсорбции ПАВ может вообще произойти переход от несмачивания к смачиванию, т. е. инверсия смачивания. Если поверхность твердого тела гидрофильная, жидкость хорошо смачивает ее и адсорбция ПАВ на ней, как правило, не происходит. В этом случае изменение значений  $\theta$  связано в основном с уменьшением поверхностного натяжения на границе жидкость — газ.

Величина угла смачивания зависит от множества факторов: механического строения поверхности, адсорбции на ней воздуха и других веществ, от ее загрязнения, электрического заряда и т. д.

Краевой угол находят по основным размерам капель жидкости, наносимых на твердые поверхности: высоте  $h$  и диаметру основания  $d$  (Рис. 5.2):

$$\cos\theta = [(d/2)^2 - h^2] / [(d/2)^2 + h^2].$$

При  $d/2 < h$  можно использовать более простую формулу:

$$\cos\theta = 1 - 2h/d.$$

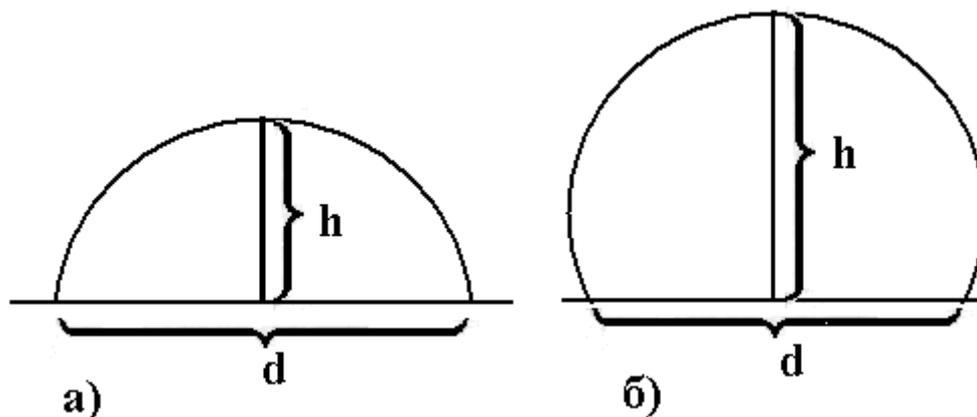


Рис. 5. 2 Схема, поясняющая определение краевых углов. а — для  $\theta < 90^\circ$ ; б — для  $\theta > 90^\circ$

Параметры капли  $h$  и  $d$  измеряют с помощью установки, основными узлами которой являются катетометр, измерительная ячейка-кювета и осветительное устройство, обеспечивающее контрастное изображение капли и исследуемой поверхности.

Катетометр представляет собой зрительную трубу, установленную горизонтально, которая может перемещаться вдоль колонки со шкалой, с трубой жестко связан микроскоп. Для установки колонки в вертикальное положение она закреплена на треножнике с подъемными винтами, на котором установлен уровень. Зрительная труба фокусируется на объект с помощью насадных линз и механизма фокусировки.

Измерения проводят следующим образом. Измерительную ячейку-кювету устанавливают на металлический держатель. На подставку в ячейке-кювете помещают пластинку из исследуемого вещества и включают лампу осветителя. Проводят точную установку зрительной трубы, добиваются резкого изображения профиля пластинки в окуляр-микрометре.

Затем в кольцевое углубление кюветы наливают 1 мл исследуемой жидкости, с помощью микрошприца или пипетки осторожно наносят каплю этой жидкости на поверхность пластинки у самого ее края, обращенного в сторону объектива, и кювету закрывают крышкой. Таким образом создают равновесную среду, имитирующую реальную. Для получения воспроизводимых результатов необходимо наносить каплю, так чтобы диаметр ее основания не превышал 2—3 мм, тогда из-за малого веса капли влиянием силы тяжести можно пренебречь.

При исследовании смачивания поверхностей водой измерения краевых углов можно начинать через несколько минут после нанесения капли воды. При исследо-

вании смачивания растворами ПАВ капли жидкости на пластинке следует выдерживать предварительно 15 - 20 мин (это связано с довольно медленным формированием адсорбционных слоев ПАВ на межфазных границах раздела).

С помощью винтов окончательно регулируют положение держателя для получения наиболее резкого изображения контуров капли и пластинки.

Параметры **h** и **d** определяют с помощью окуляр-микрометра.

Измерения краевых углов для каждой концентрации ПАВ проводят три раза с каплями примерно одинаковых размеров и значения  $\theta$  находят как среднее арифметическое.

**ВНИМАНИЕ!** При исследовании смачивания большое значение имеет чистота пластинок, а также посуды, с помощью которой готовят растворы. Даже небольшое загрязнение может существенно повлиять на результаты измерений. Поэтому пластинки следует брать аккуратно только за угол или ребро, а пипетки при смене раствора необходимо каждый раз тщательно промывать.

### Список литературы к главе 5

1. Гудок Н.С. Изучение физических свойств пористых сред. М.: Недра, 1970.
2. Котяхов Ф.И. Физика нефтяных и газовых коллекторов. М.: Недра, 1977.
3. Оркин К.Г., Кучинский П.К. Лабораторные работы по курсу «Физика нефтяного пласта». М.: Гостоптехиздат, 1953.
4. Ханин А.А. Породы-коллекторы нефти и газа и их изучение. М.: Недра, 1969.
5. Лабораторные работы и задачи по коллоидной химии. – Под ред. Ю.Г. Фролова и А.С. Гродского. – М.: Химия, 1986. – с. 20 – 25.

## 6 Методы определения содержания карбонатов

Под карбонатностью пород понимается содержание в них солей угольной кислоты: кальцита -  $\text{CaCO}_3$ , доломита -  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ , соды -  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , поташа -  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , сидерита -  $\text{FeCO}_3$  и др.

При определении карбонатности подсчеты относят к весу  $\text{CaCO}_3$ , потому что кальцит наиболее распространен в породах и составляет основную часть перечисленных карбонатов.

Породы продуктивных пластов, содержащие значительное количество карбонатов, могут быть с успехом подвергнуты обработке соляной кислотой с целью увеличения проницаемости призабойной зоны скважины и интенсификации добычи нефти.

Из различных методов определения карбонатности при анализе образцов керна наиболее распространен газоволюметрический метод, основанный на химическом разложении солей угольной кислоты под действием соляной кислоты и измерении объема углекислого газа, образовавшегося в результате реакций:



Для отдельного определения кальцита и доломита используется прибор «Карбонатометр КМ-04» (Рис. 6.1).

Карбонатометр [4] состоит из блока управления 1 и технологического блока, смонтированного на столике 2, который закреплен винтами на корпусе блока управления с помощью стоек 3 (Рис. 6.2). Технологический блок включает емкость 4 для разбавленной соляной кислоты, размещенную в контейнере 5, магнитную мешалку 6, над которой на кронштейне 7 корпуса 8 подвешена реакционная камера 9, состоящая из крышки и съемного стакана. Корпус 8 разделен на две части. В правой части корпуса 8 смонтированы дозатор 10 и пережимные клапаны 11, 12 и 13, предназначенные соответственно для отбора соляной кислоты в дозатор, подачи кислоты из дозатора в реакционную камеру и для сброса избыточного давления углекислого газа из реакционной камеры через трубку 14. В этой части корпуса 8 также установлен датчик давления 15, соединенный трубкой с реакционной камерой.

В левой части корпуса - плата 16 управления магнитной мешалкой, плата 17 измерения давления и температуры, соединительные трубки 18 и провода 19, соединяющие датчик давления 15 и датчик температуры 20, расположенный в крышке реакционной камеры, с платой 17. На боковой панели 21 корпуса 8 выполнен Г-образный паз, позволяющий фиксировать в крайнем верхнем положении ручку 22, связанную со штоком дозатора.

Пережимные клапаны 11, 12 и 13 снабжены ручкой для фиксации эксцентрика в открытом или в закрытом положении.

Управление измерениями осуществляется программным путем. Программное обеспечение «Carbon» также позволяет наблюдать зависимость температуры и давления от времени измерения.



Рис. 6.1 Общий вид прибора «Карбонатометр КМ-04»

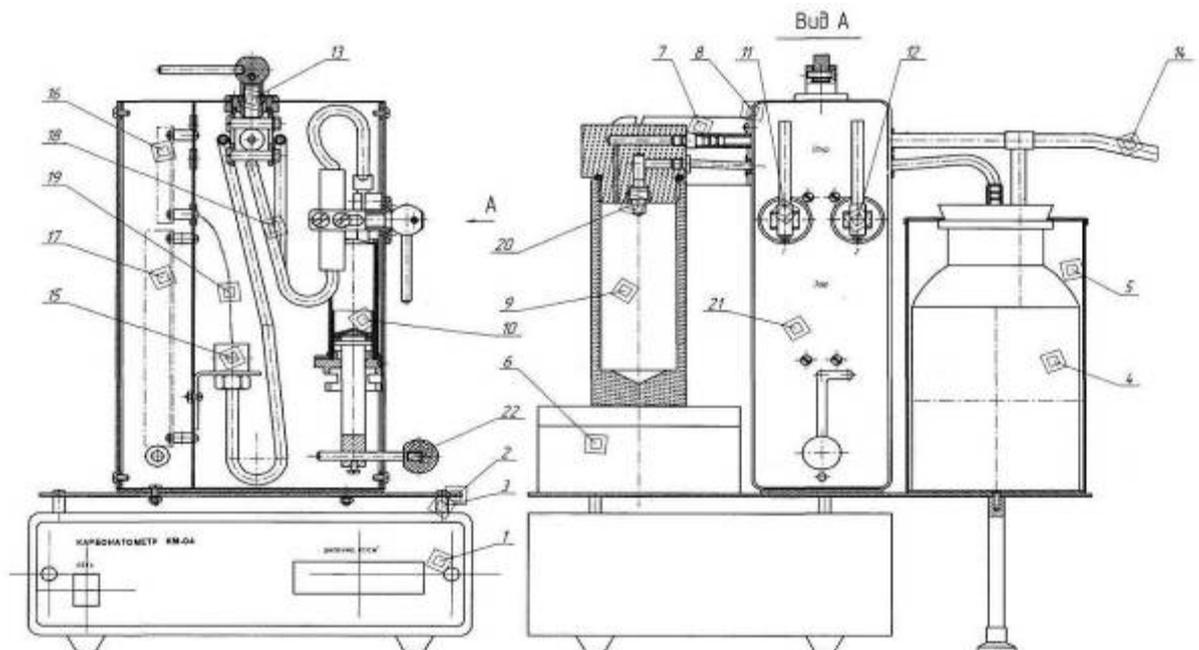


Рис. 6.2 Устройство прибора «Карбонатометр КМ-04»

Принцип работы карбонатометра заключается в следующем. Измельченный образец горной породы (с размером частиц не более 0,1 мм) массой до 1000 мг помещают в съемный стакан реакционной камеры, плотно скручивают его с крышкой и

с помощью поршневого дозатора подают в нее разбавленную в соотношении 1:6 соляную кислоту. При впрыске раствора в реакционной камере происходит сжатие воздуха, что приводит к быстрому изменению давления (примерно на 0,17 кг/см<sup>2</sup>) и срабатывает автоматический запуск процесса измерения, который начинается со включения привода магнитной мешалки.

В процессе перемешивания за счет взаимодействия карбонатных веществ с соляной кислотой происходит выделение двуокиси углерода и увеличение давления в реакционной камере пропорционально количеству образованного газа. Изменение избыточного давления контролируется датчиком и отображается на цифровом индикаторе панели блока управления и на мониторе компьютера. Различие в скорости протекания реакции взаимодействия соляной кислоты чистого кальцита и кальцита и доломита в пробе с позволяет по измеренным значениям давления автоматически определить содержание карбонатных веществ в образце. Контроль температуры позволяет ввести в программу обработки данных измерений поправки на изменение давления в реакционной камере, связанные с влиянием температуры.

### **1. Подготовка карбонатомера к работе**

1.1. Перед началом работы ознакомьтесь с техническим устройством прибора и руководством пользователя программного обеспечения «Carbon».

1.2. Убедитесь в наличии раствора соляной кислоты в емкости 4.

Для заполнения емкости необходимо извлечь из нее пробку и аккуратно залить необходимый объем заранее приготовленного раствора разбавленной в соотношении 1:6 соляной кислоты (не более 500 мл).

Для приготовления этого раствора необходимо к 6-ти объемам воды (желательно дистиллированной) добавить 1 объем концентрированной соляной кислоты марки «ХЧ» или «ЧДА» по ГОСТ 3118-77 с массовой долей HCl от 35 до 38%. При приготовлении разбавленной кислоты и в процессе работы необходимо соблюдать меры безопасности, предотвращающие попадание капель и паров концентрированной кислоты на руки и лицо. Разбавление концентрированной соляной кислоты необходимо осуществлять под вытяжкой, добавляя кислоту в воду. **ВНИМАНИЕ!** Запрещается добавлять в воду концентрированную соляную кислоту.

Приготовленный раствор необходимо перемешать и залить в емкость 4.

1.3. Удалите остатки воздуха из трубок подачи кислоты в реакционную камеру 9. Для этого закройте клапаны 11, 13 поворотом ручки по часовой стрелке, откройте клапан 12 поворотом ручки против часовой стрелки, выведите ручку 22 из паза и плавно опустите ее до упора вниз. Затем закройте клапан 12 (ручка - в нижнем по-

ложении), откройте клапан 11 (ручка - в верхнем положении) и переместите ручку 22 из нижнего в верхнее положение, повернув ее в Г-образном пазе. При этом порция кислоты, поступившая из емкости 4 в дозатор 10, передавливается в реакционную камеру 9, вытесняя пузырьки воздуха из трубок.

1.4. Переведите клапан 13 в открытое положение поворотом ручки влево для сброса избыточного давления и удаления паровоздушной смеси из реакционной камеры через трубку 14. **ВНИМАНИЕ!** Трубка 14 должна быть выведена из рабочей зоны в вытяжной шкаф или за пределы помещения для утилизации газообразных продуктов реакции.

1.5. Отвинтите стакан от крышки реакционной камеры, прополощите водой и тщательно протрите внутреннюю поверхность стакана и крышки хлопковой тканью.

1.6. Подключите прибор к сети. Включите тумблер «Сеть» на лицевой панели блока управления 1 и прогрейте карбонатометр в течение 30 мин.

1.7. Запустите программу «Carbon».

1.8. Установите в программе режимы «Контроль герметичности» и «Автоматическое определение момента начала реакции».

1.9. После проведения указанных операций карбонатометр готов к работе.

## **2. Порядок работы**

2.1. Отберите для анализа фрагмент изучаемой породы и тщательно измельчите образец в ступке до пудрообразного состояния, (размер частиц около 0,1 мм). Образцы, отобранные из битуминозных интервалов, необходимо проэкстрагировать. Для этого на лист фильтровальной бумаги следует насыпать в виде конуса измельченный образец и нанести на него 20÷25 капель хлороформа.

2.2. Взвесьте на электронных или торсионных весах с разрешением не менее 1 мг навеску измельченного образца массой около 1000 мг, после чего аккуратно засыпьте его в стакан реакционной камеры.

Масса образца вычисляется как разность между массой образца с используемой при взвешивании подложкой (например, из фильтровальной бумаги) и массой подложки после засыпки образца. Не рекомендуется применять навеску массой более 1000 мг, т.к. при этом возможно превышение давления газа в реакционной камере до величины более 2 атм. и потеря индикации давления (верхний предел цифровой индикации давления на панели блока управления - 1,999 атм.)

2.3. Внесите номер исследуемого образца, глубину его отбора и значение массы в соответствующее окно программы.

2.4. Положите на дно стакана якорь магнитной мешалки и быстро привинтите стакан к крышке реакционной камеры. При навинчивании стакана происходит повышение давления в реакционной камере на величину 0,01...0,02 атм. за счет сжатия находящегося в нем воздуха. В режиме «Контроль герметичности» неисправность обнаруживается автоматически по истечении 1 - 2 мин.

Если повышения давления не происходит, то необходимо проверить, закрыт ли клапан 13. Если происходит потеря давления, необходимо плотнее затягивать резьбу для более сильного сжатия уплотнительного кольца. В обоих случаях стакан надо отвинтить, и снова привинтить к крышке.

2.5. Откройте клапан 12 и плавным перемещением ручки 22 вниз заполните дозатор кислотой.

2.6. Закройте клапан 12, откройте клапан 11 и быстро переместите ручку 22 вверх до фиксации в Г-образном пазе, затем закройте клапан 11. После ввода кислоты в реакционную камеру и быстрого изменения давления программа включает привод магнитной мешалки, и реакция взаимодействия карбонатных веществ с соляной кислотой приводит к дальнейшему повышению давления выделяемого углекислого газа.

2.7. После окончания реакции, определяемого программой, необходимо открыть клапан 13 для выпуска газа через трубку 14, отвинтить стакан от крышки реакционной камеры, утилизировать остатки раствора, затем промыть и тщательно вытереть внутренние поверхности стакана и крышки.

2.8. В процессе работы необходимо контролировать наличие кислоты в емкости 4. Контроль осуществляется по специальной шкале в рабочем окне программы «Carbon». Если в емкости 4 остается кислоты менее чем на три дозы, программа выдает соответствующее предупреждение оператору, после чего емкость заполняется нужным объемом кислоты и ввести это значение в программу, выполнив команду «Долив кислоты в емкость» меню «Прибор».

#### **Описание программного обеспечения**

Для запуска программы необходимо выбрать «Карбонатометр КМ-04» в меню «Пуск» - «Программы» или дважды щелкнуть левой клавишей манипулятора «мышь» на иконке «Carbon.exe», размещенной на рабочем столе Windows. После запуска программы восстанавливаются все настройки, сделанные во время предыдущего сеанса работы.

В верхней части расположены окна редактирования для ввода и отображения номера изучаемого образца и глубины, с которой он получен. В правой части окна

находится полоса прокрутки, при помощи которой оператор может просматривать записи из архивного файла. При перемещении слайдера по полосе прокрутки выдаются текущий номер записи в файле, номер пробы и глубина отбора пробы. При отпускании левой клавиши мыши происходит чтение этой записи и выдача соответствующей ей информации в рабочее окно программы.

Область окна «Результаты измерений» служит для ввода исходных данных (вручную - с клавиатуры и непосредственно с датчиков карбонатомера КМ-04, подключенного к компьютеру), используемых для расчета выходных параметров.

Область окна «Расчетные параметры» служит для вывода расчетных параметров. В зависимости от режима «Корректировка выходных данных», установленного в меню «Редактирование», корректировка выходных параметров может либо разрешаться, либо запрещаться (в этом случае все окна в области «Расчетные параметры» переводятся в неактивное состояние и служат только для вывода информации).

Кроме этого, в рабочей области окна программы расположены следующие элементы управления:

- **Экспресс-режим.** Позволяет установить режим работы программы, в котором отслеживается протекание реакции в течение первых 5 минут. Через 5 минут после считывания показаний компьютер производит расчет искомого содержания кальцита, доломита и нерастворимого остатка в исследуемой пробе с учетом изменения температуры в реакционной камере и степени незавершенности реакции (т.е. с учетом количества не прореагировавшего к этому времени кальцита и доломита). Результаты, получаемые в этом случае, являются менее достоверными, чем при работе в основном режиме, когда отслеживается протекание реакции в течение 30 минут, т.е. практически до полного ее завершения.

- **Автоматическое определение момента начала реакции.** В этом случае момент начала реакции определяется по скачку давления в реакционной камере карбонатомера во время впрыскивания в нее раствора соляной кислоты. Практика показала надежность такого определения.

Если режим не установлен, за моментом начала реакции считается момент нажатия кнопки «Старт». В этом случае необходимо как можно быстрее после нажатия кнопки «Старт» впрыснуть кислоту в реакционную камеру. Следует заметить, что работа в этом режиме приводит к получению недостоверных результатов из-за искажения регистрации динамики реакции, особенно при анализе проб пород с высоким содержанием кальцита.

- **Контроль газовых линий прибора.** Позволяет включить или выключить режим проверки герметичности газовых линий прибора в процессе проведения измерений. Если режим включен, в программе каждую минуту рассчитывается среднее значение давления. Если оно убывает более, чем на заданную величину (0,005 атм.), выдается сообщение о потере давления и необходимости проверки газовых линий прибора. Работа с прибором, в котором происходит потеря давления, **не допускается**, т.к. приводит к получению недостоверных результатов.

- **Автоматическое определение момента завершения реакции.** В этом режиме после истечения 5-й минуты каждую минуту рассчитывается среднее значение давления. Если оно возрастает менее, чем на заданную величину (0,005 атм.) выдается соответствующее сообщение и производится расчет выходных параметров.

- **Кнопка «Старт»** служит для включения в программе отсчета времени с момента начала реакции и построения графика изменения давления в реакционной камере по времени (см. раздел «Автоматическое определение момента начала реакции»).

- **Кнопка «Стоп»** служит для остановки отслеживания реакции в реакционной камере карбонатометра.

- **Кнопка «Параметры графика».** Кнопка «Параметры графика» служит для изменения параметров отображения в рабочей области окна программы графиков изменения давления и температуры в реакционной камере карбонатометра. Поле, в котором отображаются графики изменения давления и температуры в реакционной камере карбонатометра по времени, находится в нижней части окна.

- **Кнопка «Сохранить график»** служит для сохранения графиков, полученных в процессе анализа образца в файле. При этом графики выводятся всякий раз при переходе к данному образцу во время просмотра информации в архивном файле.

- **Изображение карбонатометра КМ-04** со шкалой для индикации остатка раствора кислоты в емкости, т.к. в карбонатометре КМ-04 используется непрозрачная емкость для раствора соляной кислоты и в процессе работы неудобно контролировать ее остаток. Для решения этой задачи после впрыскивания в реакционную камеру заданной дозы раствора соляной кислоты программа автоматически рассчитывает ее текущий остаток в емкости, отображает его на шкале и выдает предупреждение, если запас раствора соляной кислоты в емкости заканчивается. **ВНИМАНИЕ!** Если расходовать кислоту из емкости при выключенном компьютере или без включения режима отслеживания процесса реакции (используя кноп-

ку «Старт»), правильное отображение остатка кислоты в емкости будет невозможно.

- **«Мастер подсказок»** используется на этапе освоения программы. Поэтому рекомендуется в меню «Параметры» включить этот режим (в исходном состоянии, после инсталляции программы, он находится во включенном состоянии).

В режиме «Мастер подсказок» после подготовки навески породы к анализу, описанной выше, требуется нажать кнопку «Старт». Далее на экран будут последовательно выводиться диалоговые окна с окнами с последовательностью действий, которые должен выполнить оператор в процессе анализа образца. После выполнения очередной подсказки необходимо нажать на кнопку «Далее». После выполнения последней подсказки автоматически запустится режим определения карбонатности, по окончании которого в соответствующих окнах программы отобразятся полученные значения массового содержания кальцита, доломита и нерастворенного остатка.

#### **Список литературы к главе 6**

1. Гудок Н.С. Изучение физических свойств пористых сред. М.: Недра, 1970.
2. Котяхов Ф.И. Физика нефтяных и газовых коллекторов. М.: Недра, 1977.
3. Оркин К.Г., Кучинский П.К. Лабораторные работы по курсу «Физика нефтяного пласта». М.: Гостоптехиздат, 1953.
4. Карбонатомер КМ-04. Руководство по эксплуатации.

## **7 Измерение удельного электрического сопротивления горных пород в атмосферных условиях**

Удельное электрическое сопротивление горных пород зависит от электропроводности минералов, пористости, водонасыщенности, удельного сопротивления вод, структурных и текстурных особенностей пород и т. д. Поэтому строгой зависимости между пористостью и удельным сопротивлением не существует. Вместе с тем некоторые упрощения позволяют установить такую зависимость с точностью, вполне достаточной для практики. Так, например, можно считать, что различие удельных сопротивлений однотипных пород, полностью насыщенных водой, в основном будет определяться изменениями пористости и удельными сопротивлениями вод. Влияние же других факторов на удельное сопротивление однотипных пород будет приблизительно одинаковым.

Чтобы исключить влияние минерализации пластовой воды, содержащейся в породе, при изучении пористости пород по их удельному сопротивлению обычно рассматривается отношение удельного сопротивления водонасыщенной породы  $\rho_{вп}$  к сопротивлению насыщающей ее воды  $\rho_{в}$ :

$$P_{п} = \rho_{вп} / \rho_{в}, \quad (7.1)$$

где  $P_{п}$  - параметр пористости, или относительное сопротивление (по Б.Н. Дахнову).

Так как удельное сопротивление водонасыщенной породы зависит не только от пористости, но и от строения поровых каналов, зависимость относительного сопротивления от пористости в общем виде определяется формулой

$$P_{п} = a / Kп^m, \quad (7.2)$$

где  $a$  - коэффициент, изменяющийся для разных пород;  $Kп$  - пористость;  $m$  - показатель степени, зависящий от структуры порового пространства и сцементированности породы.

Из уравнений (7.1) и (7.2) получаем:

$$\rho_{вп} / \rho_{в} = a / Kп^m.$$

Для решения данного уравнения можно определить удельное электрическое сопротивление насыщенной породы в атмосферных условиях и самой насыщающей жидкости. Для этого используется прибор «ПетроОм» (Рис. 7.1). Прибор предназначен для измерения электрического сопротивления насыщенных солевыми растворами или пластовыми флюидами образцов горных пород и удельного электрического сопротивления растворов в атмосферных условиях и соответствует требованиям ГОСТ 25494-82 [1].

Измерение УЭС происходит по четырехэлектродному методу.

В состав прибора входят прижимное устройство образца к измерительным электродам и кювета с контактами для замера сопротивления флюида.

Прибор имеет собственный цифровой дисплей, а также может подключаться к компьютеру и управляться посредством соответствующего программного обеспечения.



Рис. 7.1 Прибор для определения УЭС горных пород и флюидов «ПетроОм»

## 7.1 Порядок проведения работ в автономном режиме

### 7.1.1 Определение удельного электрического сопротивления (УЭС) водных растворов

- 1.1. Включить прибор в сеть.
- 1.2. Подготовить емкость для замера сопротивления флюида (кювету) к измерениям, для чего из нее извлечь нижнюю запорную пробку, промыть дистиллированной водой и вытереть насухо. Установить нижнюю пробку в кювету.
- 1.3. Осторожно заполнить кювету исследуемым раствором на 1 - 1,5 см выше верхнего измерительного электрода.
- 1.4. Подключить кювету к измерительному блоку с помощью зажимов.
- 1.5. По истечении 2 - 3 секунд на дисплее измерительного блока высвечивается значение определяемой величины полного сопротивления раствора.
- 1.6. Определить УЭС раствора как произведение показания прибора на коэффициент  $K$ , полученный в результате градуировки прибора и заложенный в программное обеспечение.
- 1.7. Результат измерения занести в журнал проводимых работ.
- 1.8. Отсоединить кювету от измерительного блока.
- 1.9. Вылить раствор из кюветы. Промыть кювету дистиллированной водой и вытереть насухо по пункту 1.2.
- 1.10. Для последующих измерений выполнить пункты 1.3 - 1.9.
- 1.11. Обесточить прибор, убрать рабочее место.

## 7.1.2 Определение электрического сопротивления насыщенного керна

2.1 Убедиться, что прижимное устройство подключено к источнику сжатого воздуха (для получения повторяемости результатов измерения необходимо поддерживать в системе постоянное давление и работать в диапазоне от 0,1 до 0,25 МПа) и включить питание прибора.

2.2 Перевести клапан прижима образца в верхнее положение, при этом измерительные электроды будут разомкнуты.

2.3 Произвести калибровку прибора («Установить нуль»):

- Подключить кернодержатель к измерительному блоку.
- Установить в кернодержатель на нижний электрод металлический эталон.
- Переключить пневматический тумблер в нижнее положение. Электроды кернодержателя должны сомкнуться на эталоне.

- По истечении 5 секунд на табло дисплея высветится значение «нулевого» сопротивления, которое заносится в журнал измерений и учитывается при определении электрического сопротивления образцов керна ( $R_H$ ).

- Перевести тумблер в верхнее положение и извлечь эталон из кернодержателя.

- Прибор готов к работе в режиме измерения электрического сопротивления образцов керна.

2.4 Установить в кернодержатель исследуемый образец керна.

2.5 Перевести пневматического тумблер в нижнее положение.

2.6 По истечении 5 - 10 секунд показания с дисплея прибора записать в рабочий журнал.

2.7 Вычислить УЭС образца керна по формуле:

$$\rho_{обр} = 0,25\pi(R_n - R_H)d^2/l, \quad (7.3)$$

где:

$R_n$  - считываемое показание прибора, Ом;

$R_H$  - нулевое сопротивление, Ом;

$d$  - диаметр образца, мм;

$l$  - длина образца, мм.

2.8 Результат занести в рабочий журнал.

2.9 Перевести тумблер в верхнее положение и извлечь образец из кернодержателя.

2.10 Для дальнейших измерений повторить пункты 2.4 – 2.9.

2.11 После 5 - 10 измерений электрического сопротивления необходимо проводить контрольное измерение нулевого сопротивления.

2.12 По окончании измерений электрического сопротивления кернодержатель прибора промыть дистиллированной водой, удалить солевые проявления, вытереть насухо.

2.13 Обесточить прибор, убрать рабочее место.

## **7.2 Порядок проведения работ в составе ПЭВМ**

### **7.2.1 Определение удельного электрического сопротивления (УЭС) водных растворов**

Подключить измерительный блок прибора к персональному компьютеру.

Запустить программу «Petroom.exe». При правильном подключении прибора в нижней части окна должно появиться сообщение «Устройство подключено». При неправильном подключении появляется сообщение «Устройство не обнаружено».

В меню «Настройка» выбрать «Связь с прибором», далее «COM X», где X - номер порта, к которому подключен прибор.

Подготовка прибора к работе:

- a) Подготовить измерительную кювету к измерениям, для чего извлечь нижнюю запорную пробку из измерительной кюветы, промыть кювету дистиллированной водой и вытереть кювету насухо.
- b) Установить нижнюю пробку в измерительную кювету.
- c) Осторожно заполнить измерительную кювету исследуемым раствором на 1- 1,5 см выше верхнего измерительного электрода.
- d) Подключить измерительную кювету к измерительному блоку.
- e) В меню «Настройки» активировать функцию УЭС раствора.

2.1 В правом нижнем углу окна программы появится график зависимости УЭС раствора от времени.

2.2 На представленном графике выберите значение на плато УЭС раствора. При помощи указателя манипулятора «мышь» выберите эту точку на графике. Ее значение появится с правой стороны над полем графика. При нажатии на кнопку «Сохранить» это значение будет занесено в соответствующий файл.

2.3 В сопроводительное окно программы внесите комментарии, необходимые для архивации полученного значения. После этого нажать на кнопку «Сохранить», результаты измерения будут записаны в отдельный файл на компьютере.

- 2.4 Выполнить пункты 1.7.-1.11
- 2.5 Для повторного измерения раствора выполнить пункты 2.1 - 2.5

### **7.2.2 Определение электрического сопротивления насыщенного керна**

- 2.6 Открыть окно «Настройки», активировать «УЭС керна».
- 2.7 Выполнить пункты 2.1 - 2.3
- 2.8 Открыть окно «Настройки» и активировать «Установку нуля».
- 2.9 Перевести тумблер в верхнее положение и извлечь алюминиевый образец из кернодержателя.
- 2.10 Вымыть алюминиевый образец в дистиллированной воде и вытереть насухо.
- 2.11 Прибор готов к работе в режиме измерения электрического сопротивления керна.
- 2.12 Ввести исходные данные по исследуемому образцу, указанные в нижнем левом окне «Данные по изучаемому керну».
- 2.13 Выполнить пункты 2.4 – 2.7.
- 2.14 В окне программы появится текущее значение УЭС, а в правом нижнем углу окна программы - график зависимости УЭС керна от времени. Измерительный блок работает по алгоритму усреднения соседних значений и поэтому первые полторы-две секунды информация содержит приблизительное значение. На экране графика наблюдается падение значения УЭС, что не свойственно при измерении УЭС керна. Рекомендуется определять в качестве значения УЭС момент перехода из «минимума» в «максимум».
- 2.15 При помощи указателя манипулятора «мышь» выберите эту точку на графике. Ее значение появится с правой стороны над полем графика. При нажатии на кнопку «Сохранить» это значение будет занесено в соответствующий файл.
- 2.16 Выполнить пункт 2.10
- 2.17 Для дальнейших измерений выполнить пункты 2.8.-2.17.

#### **Файл сохранения информации**

При любой активации программы «Petroom.exe» автоматически создается файл записи результатов измерения в формате «Месторождение.csv» по адресу: «Мои документы/ЕсogeosProm/PetroOm/Месторождение.csv». При изменении названия месторождения создается новый файл. Файл можно прочитать в программе «Microsoft Excel».

#### **Список литературы к главе 7**

1. ГОСТ 25494-82 Породы горные. Метод определения удельного электрического сопротивления.
2. Гудок Н.С. Изучение физических свойств пористых сред. М.: Недра, 1970.
3. Клубова Т.Т. Глинистые минералы и их роль в генезисе, миграции и аккумуляции нефти. М.: Недра, 1973.
4. Методы исследования пород коллекторов. М.: ВНИГНИ, 1970.
5. Ханин А.А. Породы-коллекторы нефти и газа и их изучение. М.: Недра, 1969.

## 8 Определение скорости акустических волн в атмосферных условиях

Для определения скорости распространения упругих продольных и поперечных акустических волн используется прибор «УЗОР 2000» (ультразвуковой определитель скорости распространения упругих волн в образцах горных пород). Прибор состоит из регистрирующего блока (АСК-3106), измерительного блока (кернадержатель) и генератора акустических волн (пульс-ресивера) (Рис. 8.1). В комплект прибора входит программа «Осциллограф АСК-3151», позволяющая оператору получать и обрабатывать данные непосредственно на компьютере.



Рис. 8.1 Общий вид прибора «УЗОР 2000» для определения скорости распространения упругих продольных и поперечных акустических волн

Принцип действия прибора основан на регистрации времени прохождения упругих акустических волн от преобразователей, прикладываемых к противоположным торцам исследуемого образца керна, помещенного в специальный кернодержатель.

Прилагаемая к прибору программа «Осциллограф АСК-3151» предназначена для первоначальной обработки и записи акустических сигналов, полученных при прохождении через исследуемый образец на накопитель жесткого диска компьютера.

Детальная отработка записанных сигналов и подсчет скорости распространения продольных и поперечных акустических волн производится в программе «Research» обработки акустических сигналов.

Порядок работы регистрации прохождения скорости продольных или поперечных волн принципиально не отличается, поэтому рассмотрим процесс на примере определения скорости продольных волн.

#### **Порядок работы**

1. Подготовить к исследованию образцы керна в соответствии с ГОСТ 2115.7-75.
2. Карандашом или фломастером нанести на боковую поверхность образца 3 - 4 вертикальные линии.
3. Штангенциркулем измерить высоту образца с точностью 0,1 мм.
4. Установить образец в кернодержатель, приподняв верхний излучатель с помощью ручки (Рис. 8.1).
5. Перевести установленный на лицевой панели пульс-ресивера переключатель в положение «Продольные».
6. При помощи манипулятора «мышь» настроить изображение на экране осциллографа (Рис. 8.2). Используя вертикальные курсоры, снять информацию о времени прохождения сигнала через образец.
7. Запустить блок программы «Исследование».
8. Ввести в соответствующие графы программы измеренные значения и текстовую информацию. Сохранить результаты измерений.
9. Запустить программу «Research» (Рис. 8.3) и произвести детальную обработку акустических сигналов.
10. Измерение времени прохождения поперечных волн производить аналогично продольным, переключив на лицевой панели пульс-ресивера переключатель в положение «Поперечные».

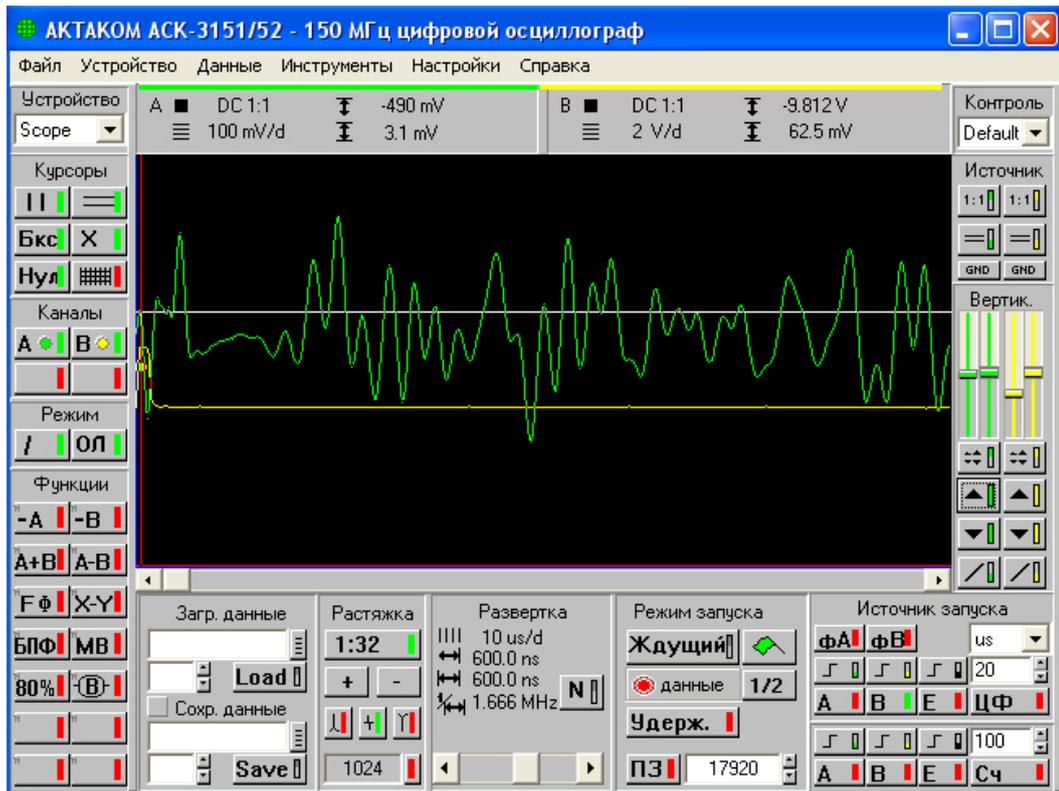


Рис. 8.2 Программа измерительного блока скорости распространения упругих акустических волн «Осциллограф АСК-3151»

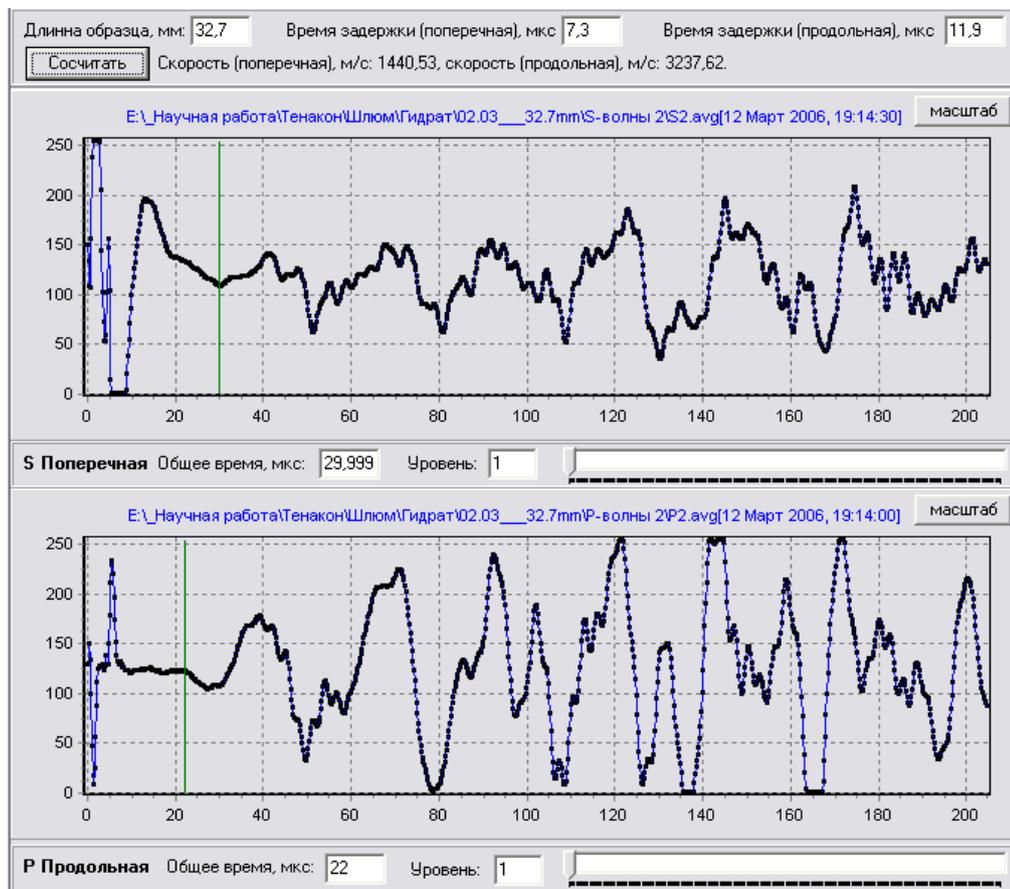


Рис. 8.3 Окно программы Research для определения скорости акустических волн. Зеленая линия – момент первого вступления

## Список литературы к главе 8

1. ГОСТ 2115.7-75 «Породы горные. Метод определения скоростей распространения упругих продольных и поперечных волн».
2. Методическое руководство по определению физических свойств горных пород и полезных ископаемых. М.: Госгеолтехиздат, 1962.
3. Методы исследования пород коллекторов. М.: ВНИГНИ, 1970.

## 9 Определение акустических свойств, удельного электрического сопротивления и пористости в пластовых условиях

Для определения скорости распространения упругих акустических волн, удельного электрического сопротивления и пористости [1] используется автоматизированная установка моделирования пластовых условий ПУМА-650 [2]. Данная установка предназначена также для определения проницаемости по жидкости в пластовых условиях. Общие характеристики установки и описание приведены в главе 3.4.2.

Для определения акустических свойств, пористости и УЭС используется кернодержатель, изображенный на Рис. 9.1. Для записи и обработки данных используются программы «Осциллограф АСК-3151» и «Research» (см. гл.8).

### 1. Порядок установки образца в кернодержатель при определении УЭС и скорости распространения акустических волн

- 1.1. Поместить цилиндрический образец в резиновую манжету кернодержателя.
- 1.2. Установить в резиновую манжету поршень 4 и шток 6 до соприкосновения с керном. Поршни 5 и 4 отличаются наличием встроенных акустических датчиков и измерительных электродов с соединительными проводами. При установке штока 6 необходимо соблюдать осторожность и не деформировать подводящую трубочку к поршню 4.
- 1.3. Установить резиновую манжету с керном и поршнем в камеру 1.
- 1.4. Закрутить крышку 3 кернодержателя со стороны поршня 4.
- 1.5. Установить в резиновую манжету поршень 5 и закрутить крышку 2.
- 1.6. При помощи спецключей закрутить крышки 2 и 3 до упора. Эту операцию лучше выполнять с помощью второго оператора. Спецключи вставляются в углубления крышек кернодержателя в противоход друг другу.
- 1.7. Установить собранный кернодержатель в термокамеру на нагревательный элемент.

1.8. Подсоединить технологические трубки систем фильтрации и обжима к флангам кернодержателя и также соединить разъемы проводов.

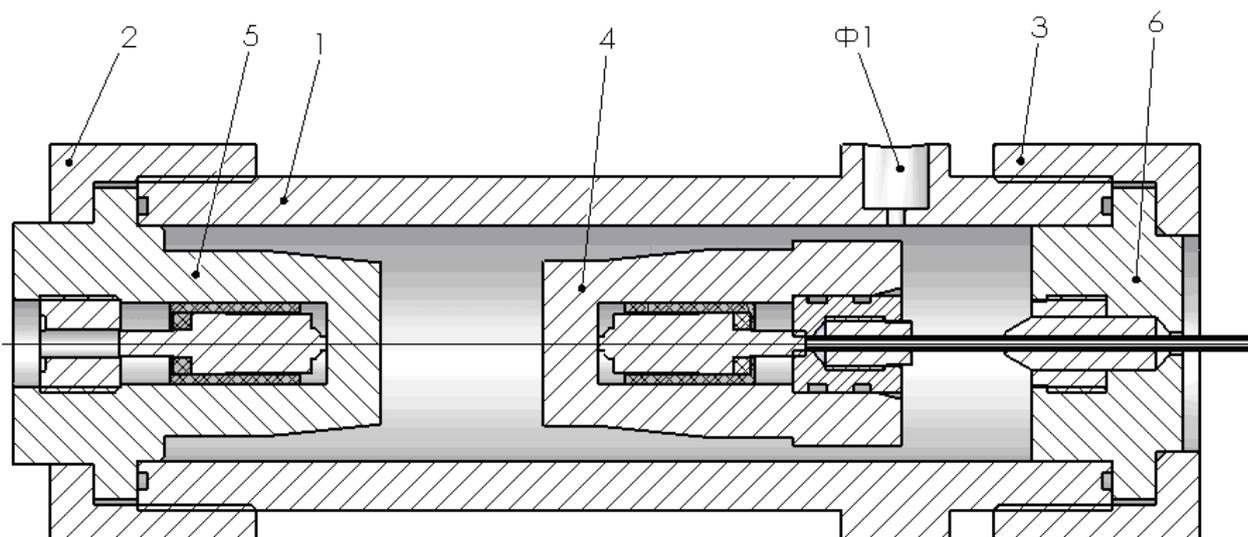


Рис. 9.1 Схема кернодержателя для определения акустических свойств, пористости и УЭС.

1 – камера кернодержателя, 2, 3 – крышки, 4, 5 – поршни, 6 – шток

1.9. Вставить термодатчик в технологическое отверстие на поршне 5.

1.10. Подать давление обжима  $P_{об} = 400$  атм и проверить качество сборки кернодержателя.

## **2. Порядок разборки кернодержателя**

2.1. Сбросить давление в гидравлической системе обжима и в системе фильтрации.

2.2. Отсоединить датчик температуры, подводящие трубки и разъемы проводов от кернодержателя.

2.3. Извлечь из термокамеры кернодержатель и разместить на монтажном столе.

2.4. При помощи спецключей ослабить крышку 2 кернодержателя и затем открутить ее в ручную. Не рекомендуется при массовых измерениях физических свойств керна откручивать крышку 3, замену керна можно производить при снятой крышке 2.

2.5. Извлечь из резиновой манжеты поршень 5.

2.6. Извлечь образец керна из резиновой манжеты.

## **3. Измерение акустических свойств и удельного электрического сопротивления керна.**

3.1. Для калибровки измерительной системы необходимо провести установочные измерения на калибре.

3.2. Собрать кернодержатель согласно п. 1, предварительно поместив в манжету кернодержателя калибр из оргстекла ( $V_p = 2,67$  км/с,  $V_s = 1,12$  км/с).

3.3. Запустить программу «ТЕНАКОН-ПЛАСТ» и задать давление обжима не менее 150 атм.

3.4. В окне программы выбрать позицию волны «Продольные».

3.5. Подключить регистрирующий акустический блок к компьютеру.

3.6. Запустить в работу программу «Осциллограф АСК-3151». Используя меню программы «Вертикальная и горизонтальная развертки», настроить сигнал прозвучивания.

3.7. Синим курсором установить точку предполагаемого «первого вступления».

3.8. Разобрать кернодержатель согласно п. 2 и вынуть из манжеты кернодержателя калибр из оргстекла.

Установка готова к работе.

3.9. Установить исследуемый цилиндрический образец в кернодержатель, руководствуясь п. 1.2.

3.10. Перевести установленный на лицевой панели пульс-ресивера переключатель в положение «ПРОД» (продольные).

3.11. При помощи манипулятора «мышь» добиться на экране осциллографа уверенного сигнала. Используя вертикальные курсоры, снять информацию о времени прохождения сигнала через образец. Записать на жесткий диск полученные сигналы продольной и поперечной волн.

3.12. Запустить программу «Research».

3.13. Загрузить в соответствующие окна программы сохраненные файлы с сигналами и текстовую информацию.

3.14. Измерение времени прохождения поперечных волн производить аналогично, переключив на лицевой панели пульс-ресивера переключатель в положение «ПОПЕР.» (поперечные).

3.15. Измерение УЭС образцов горных пород производится в автоматическом режиме. Результаты измерений отражаются в рабочем окне программы. Результаты измерений могут быть зафиксированы путем нажатия кнопки «Запись».

3.16. Извлечь образец из кернодержателя согласно п.2.

#### **4. Определение коэффициента открытой пористости**

Определение коэффициента открытой пористости производится путем определения перепада давления рабочей жидкости при известном изменении объема рабочей камеры и при известном внешнем объеме исследуемого образца. Измерения необходимо проводить на полностью насыщенных образцах, рассматривая как це-

ленаправленный цикл исследований, либо после определения фильтрационных свойств с использованием в качестве рабочей жидкости дистиллированную воду.

4.1. Установить исследуемый образец в кернодержатель, руководствуясь п. 1.2.

4.2. Установить значение давления обжима  $P_{об}$  не менее 250 атм.

4.3. Запустить программу измерения пористости путем нажатия кнопки «Измер. Кп» в рабочем окне программы и дождаться результата измерений. (Результат автоматически записывается в файл.)

### Список литературы к главе 9

1. ГОСТ 21153.7-75 Породы горные Метод определения скоростей распространения упругих продольных и поперечных волн.
2. Установка моделирования пластовых условий ПУМА-650. Руководство по эксплуатации.

## 10 ЯМР-исследования образцов

### 10.1 Физические основы

**Ядерный магнитный резонанс (ЯМР)** – резонансное поглощение электромагнитных волн атомными ядрами, происходящее при изменении ориентации векторов их собственных моментов количества движения (спинов). ЯМР возникает в образцах, помещенных в сильное постоянное магнитное поле, при одновременном воздействии на них перпендикулярно направленного переменного электромагнитного поля радиочастотного диапазона (силовые линии переменного поля должны быть перпендикулярны силовым линиям постоянного поля) [1].

Рассмотрим явление ЯМР на примере простейшего ядра – водорода. Ядро водорода это протон, имеющий определенное значение собственного механического момента количества движения (спина). В соответствии с квантовой механикой вектор спина протона может иметь только два взаимно противоположных направления в пространстве, условно обозначаемых словами «вверх» и «вниз». Протон имеет также и магнитный момент, направление вектора которого жестко привязано к направлению вектора спина. Поэтому и вектор магнитного момента протона может быть направлен либо «вверх», либо «вниз». Таким образом, протон можно представить как микроскопический магнетик с двойкой возможной ориентацией в пространстве. Если поместить протон во внешнее постоянное магнитное поле, то энергия протона в этом поле будет зависеть от того, куда направлен его магнитный момент (Рис. 10.1).

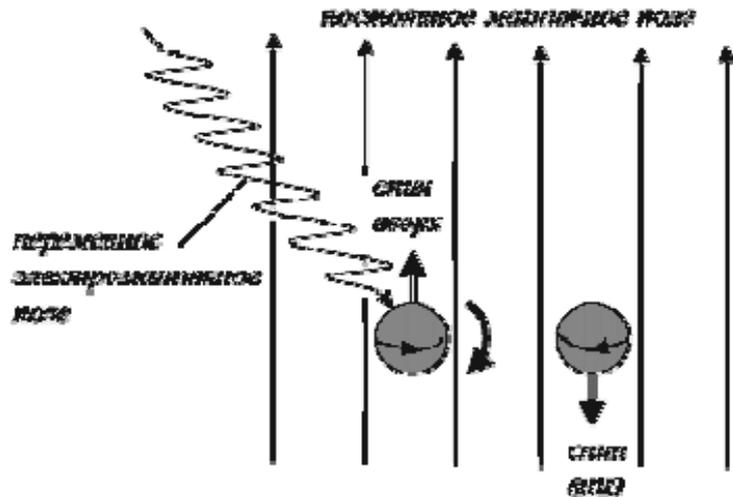


Рис. 10-1 Переворот спина протона во внешних полях

Энергия протона будет больше в том случае, если его магнитный момент направлен в сторону, противоположную полю. Эту энергию обозначим  $E_{\downarrow}$ . Если магнитный момент протона направлен в ту же сторону, что и поле, то энергия протона, обозначаемая  $E_{\uparrow}$ , будет меньше ( $E_{\uparrow} < E_{\downarrow}$ ). Пусть протон оказался именно в этом последнем состоянии. Если теперь протону добавить энергию  $\Delta E = E_{\downarrow} - E_{\uparrow}$ , то он сможет скачком перейти в состояние с большей энергией, в котором его спин будет направлен против поля. Добавить энергию протону можно, «облучая» его квантами электромагнитных волн с частотой  $\omega$ , определяемой соотношением  $\Delta E = \hbar\omega$ . Перейдем от отдельного протона к макроскопическому образцу, содержащему большое число протонов. В образце из-за усреднения случайных ориентаций спинов примерно равные количества протонов при наложении постоянного внешнего магнитного поля окажутся относительно этого поля со спинами, направленными «вверх» и «вниз». Облучение образца электромагнитными волнами с частотой  $\omega = (E_{\downarrow} - E_{\uparrow})/\hbar$ , вызовет «массовый» переворот магнитных моментов протонов, в результате которого все протоны образца окажутся в состоянии со спинами, направленными против поля. Такой массовое изменение ориентации протонов будет сопровождаться резким (резонансным) поглощением квантов облучающего электромагнитного поля и носит название ядерно-магнитного резонанса (ЯМР). В связи со слабостью эффекта ЯМР можно наблюдать лишь в образцах с большим числом ядер ( $>10^{16}$ ), используя специальные методики и высокочувствительные приборы.

Принцип действия ЯМР-анализатора основан на импульсном методе ядерного магнитного резонанса, в основу которого положено кратковременное импульсное

воздействие высокочастотных колебаний определенной частоты на систему ядерных спинов, помещенных в однородное магнитное поле напряженностью  $H_0$ , и регистрации сигнала спада свободной индукции после воздействия ВЧ-колебаний (высокочастотных колебаний), создающих в катушке датчика переменное магнитное поле  $H_1$ , с последующей обработкой сигнала-отклика.

## 10.2 Измерение эффекта ядро – магнитного резонанса

После намагничивания образца полем постоянного магнита  $H_0$  радиочастотная катушка излучает серию импульсов (последовательность Карра-Перселла) определенной длительности, после каждого из которых измеряется сигнал спин-эхо ЯМР [3]. Релаксационная кривая получается как огибающая амплитуд сигналов спин-эхо (Рис. 10.2).

Последовательность Карра-Перселла состоит из начального импульса поля  $H_1$ , действие которого приводит к отклонению вектора суммарной намагниченности  $M$  на  $90^\circ$  ( $90^\circ$ -импульс) и последовательных через промежутки времени  $2\tau$  импульсов поля  $H_1$ , поворачивающих  $M$  на  $180^\circ$  ( $180^\circ$ -импульс). Детектирующее устройство представляет собой катушку индуктивности, которая регистрирует электрический сигнал индукции на протяжении всей последовательности. Сразу после  $90^\circ$ -импульса регистрируется затухающий сигнал так называемой свободной индукции, а в моменты  $2\tau$  - сигнал спинового эха (Рис. 10.2).

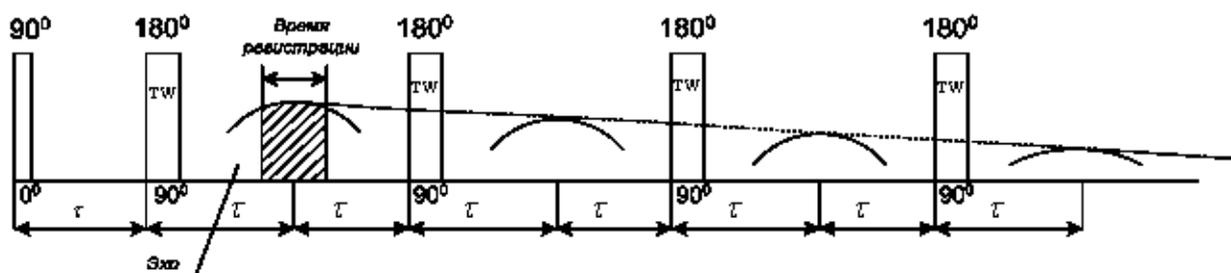


Рис. 10-2 Импульсная последовательность Карра-Перселла

Величина  $TW$  контролирует степень намагниченности порового флюида. Так, изменение поведения релаксационной кривой при различных  $TW$  может указывать на присутствие пор крупных размеров или наличие в зоне исследования углеводородов.

Изменение  $\tau$  регулирует активность процесса диффузии молекул порового флюида и принципиально позволяет выходить на определение коэффициента диффузии.

### 10.3 Обработка результатов измерений

Исходной информацией для обработки является зарегистрированная релаксационная кривая, представляющая собой зависимость сигнала ЯМР от времени измерения. Из нее, решая интегральное уравнение Фредгольма [2]:

$$NMR(t) = \int_{T_{2min}}^{T_{2max}} B(T_2) e^{\frac{-t}{T_2}} dT_2$$

где

$NMR(t)$  – кривая релаксации,

$B(T_2)$  – распределение  $T_2$ ,

с использованием метода регуляризации А.Н.Тихонова, рассчитывается спектр  $T_2$  (Рис. 10.3).

Так как время релаксации пропорционально размеру пор, то спектр качественно характеризует и распределение пористости по размерам  $R_{пор}$ . При наличии петрофизической связи  $T_2 - R_{пор}$  по данным методов вытеснения (капилляриметрия, ультрацентрифугирование, ртутная порометрия) или визуализации (шлифы, сканирующий электронный микроскоп) спектр ЯМР количественно характеризует распределение пористости по размерам пор.

Рассчитываемый спектр  $T_2$

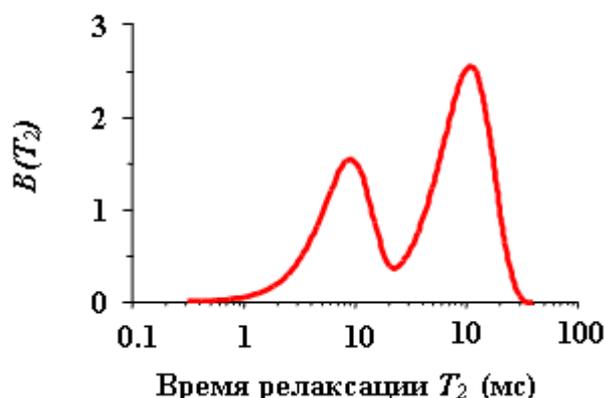


Рис. 10-3 Распределение времени релаксации

### 10.4 Петрофизические основы использования эффекта ЯМР для изучения горных пород

При петрофизических ЯМР-исследованиях изучается затухание намагниченности флюидов в порах горной породы, регистрируемое в виде релаксационной кривой (Рис. 10-4).

Начальная *амплитуда* релаксационной кривой, отражающая число резонирующих ядер, пропорциональна объемному водородосодержанию [2]. При этом во всех модификациях ЯМР-исследований к моменту начала измерения релаксация ядер водорода, входящего в состав твердой фазы породы, уже завершается, и они не вносят вклад в сигнал. Поэтому ЯМР-исследование характеризует водородосодержание только флюида (фильтрата, воды, нефти, газа) в пустотном пространстве породы, которое по данным калибровки пересчитывается в коэффициент пористости по ЯМР. Отсюда вытекает важное для практики следствие - величина полной пористости по ЯМР не зависит от литологии пород.



Рис. 10-4 Основные факторы, влияющие на регистрируемый сигнал при ЯМР-исследованиях

**Затухание** определяется тремя параллельно проходящими процессами релаксации: поверхностной релаксацией, диффузионной и объемной, каждая из которых определяется комплексом петрофизических характеристик.

Поверхностная релаксация возникает за счет эффектов взаимодействия молекул флюида с поверхностью зерен и определяется распределением пористости по размерам пор, формой пор и релаксационной активностью поверхности.

Скорость релаксации будет тем больше, чем меньше размер пор (Рис. 10-5). В реальной горной породе могут присутствовать поры произвольных размеров и в самых разнообразных пропорциях. Результирующий сигнал, регистрируемый прибором, представляет собой сложную суперпозицию различающихся по временам ре-

лаксации компонент, каждая из которых соответствует группам пор разного размера.

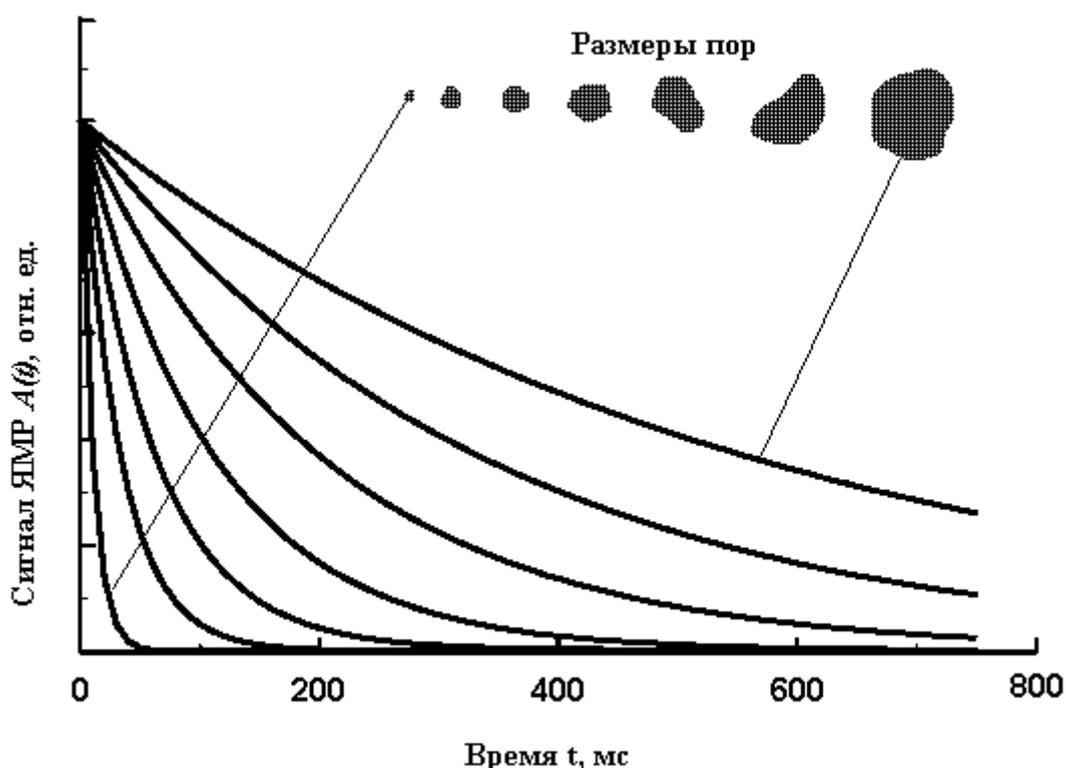


Рис. 10-5 Сигнал ЯМР от пор различных размеров

Диффузионная релаксация проявляется в неоднородном магнитном поле, где молекулярное движение вызывает расфазировку прецессирующих спинов протонов. Она возникает, в частности, при использовании средств измерений, формирующих неоднородное магнитное поле. В последнем случае диффузионная релаксация может определяться выбором методики измерений: можно либо уменьшить ее вклад до уровня, которым можно пренебречь, либо наоборот – максимально увеличить эффект с определением принципиально нового для практики ГИС петрофизического параметра – коэффициента диффузии порового флюида.

Объемная релаксация определяется собственно свойствами флюида, насыщающего поровое пространство. Эффект объемной релаксации слабее поверхностной и становится заметным, когда взаимодействие протонов с поверхностью ограничено, например, в случае углеводородов в гидрофильных породах (протоны углеводородов не контактируют с поверхностью пор).

Таким образом, эффект ЯМР чувствителен к практически важным петрофизическим характеристикам, таким как емкость (распределение пористости по размерам пор), фильтрация (через распределение пористости по размерам пор), насыщенность и состав флюидов (на основе коэффициента диффузии).

Наилучшие возможности ЯМР имеет для определения характеристик емкости, поскольку эффекты поверхностной релаксации при изучении горных пород являются основными в формировании релаксационной кривой, а амплитуда характеризует водородосодержание флюида. Поэтому именно в рамках интерпретационной модели пористости и проводится основная обработка данных ЯМР. Самостоятельное значение имеет оценка флюидонасыщенности, но она более сложна, поскольку требует выделения достаточно слабых эффектов диффузионной релаксации на фоне поверхностной, и реализуется при применении специальных средств и методик измерения.

Поры, формируемые песчаными и алевритовыми частицами (правое фото Рис. 10.6), имеют относительно большие размеры, и их емкость отражается в правой части спектра. Поры глинистых минералов (левое фото) имеют различные размеры. Микропористость связана с тонкодисперсными глинистыми минералами (гидрослюда) и минералами с набухающими пакетами (смектиты, минералы группы монтмориллонита). Поры каолинита и хлорита имеют относительно крупные размеры частиц и могут фиксироваться в составе капиллярно – связанной пористости.

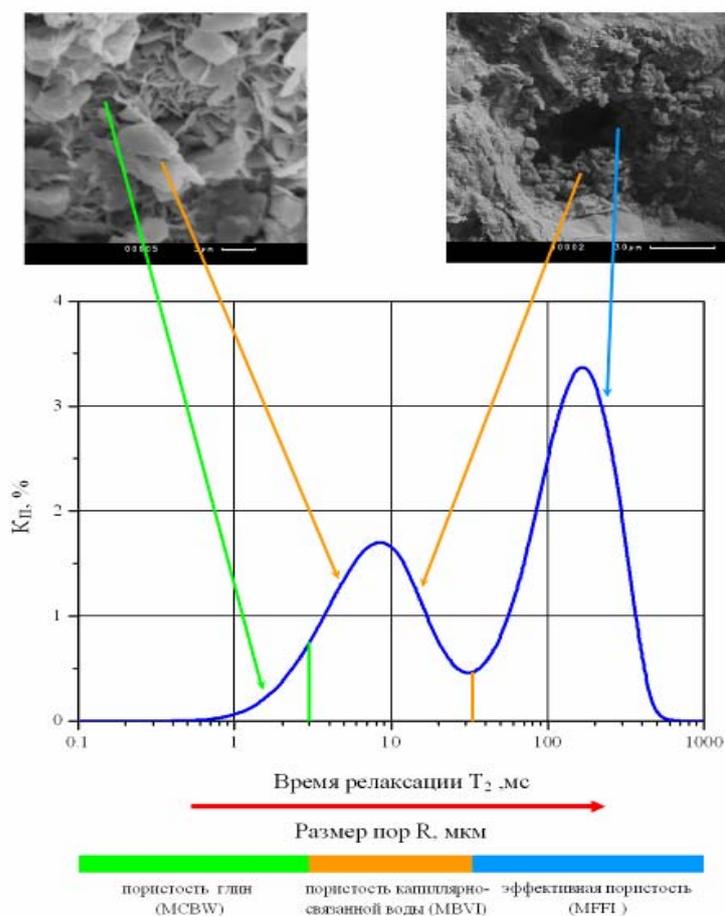


Рис. 10-6 Петрофизическая информативность спектра ЯМР

Дальнейшая обработка производится на основе полученных спектров ЯМР (Рис. 10.7).

Характеристики емкости (эффективная, заполненная капиллярно–связанной водой, каверновая пористости, микропористость глин) оцениваются путем интегрирования спектра в заданных интервалах времен релаксации, соответствующих группам пор определенных размеров. Емкость, заполненная капиллярно–связанной водой и микропористость глин вместе составляют пористость, занятую остаточной водой.

Для оценки абсолютной проницаемости могут использоваться различные подходы. Один из них связан с оценкой проницаемости по эффективной пористости или остаточной водонасыщенности, непосредственно определяемым по ЯМР. Во втором подходе  $K_{пр}$  рассчитывается непосредственно из спектров ЯМР по специальной методике с использованием сеточной капиллярной модели пористой среды.

Для изучения эффектов остаточной насыщенности применяются специальные методики измерений и приемы обработки, основанные на изменении характеристик импульсной последовательности.

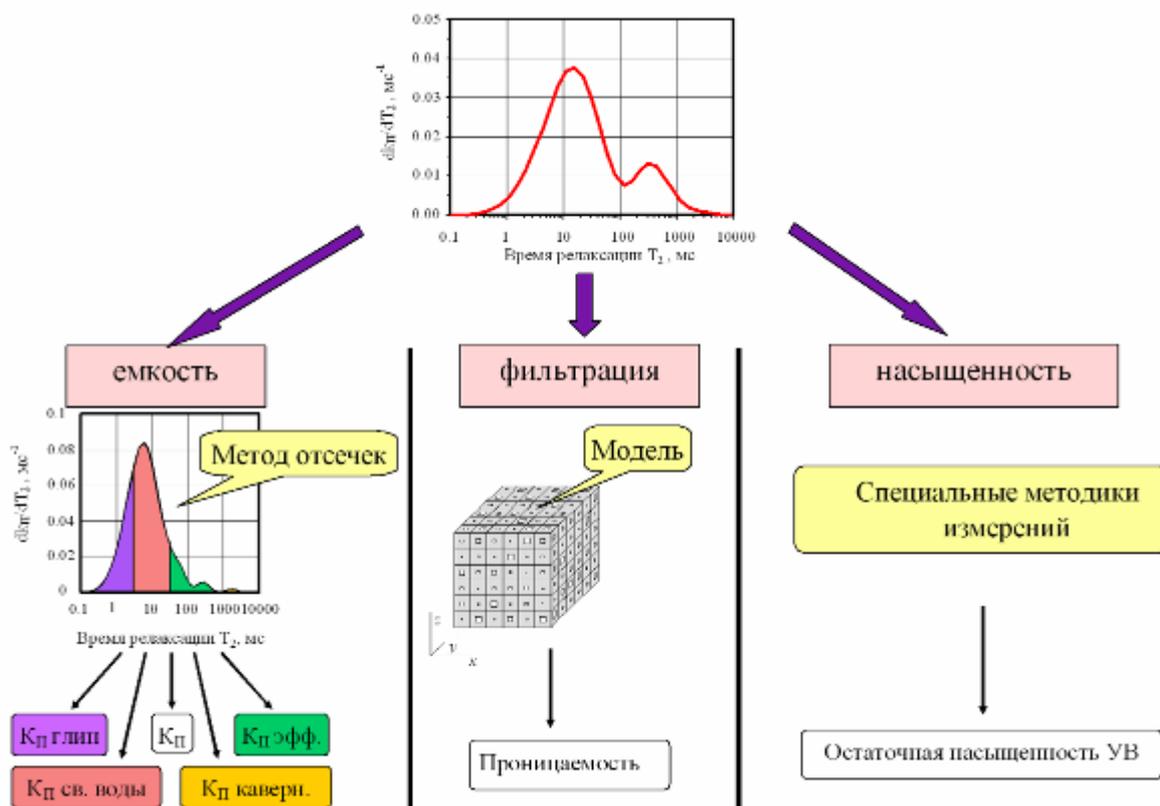


Рис. 10-7 Общая схема обработки

## 10.5 Аппаратура «ХРОМАТЭК-ПРОТОН 20М»

Катушку, внутри которой находится исследуемое вещество, помещают в постоянное магнитное поле, причем ось катушки перпендикулярна вектору напряженности ( $H_0$ )[4]. На катушку подается радиоимпульс с частотой заполнения ( $\omega_0$ ). В результате взаимодействия высокочастотного магнитного поля ( $H_1$ ) с системой ядерных спинов исследуемого образца в постоянном магнитном поле ( $H_0$ ) происходит поглощение энергии исследуемым веществом. По окончании радиоимпульса высвобождаемая образцом энергия создает в катушке датчика переменное магнитное поле, интенсивность которого пропорциональна числу резонирующих ядер, а характер и длительность процесса высвобождения энергии определяются внутренней структурой вещества.

В качестве источника постоянного магнитного поля использованы постоянные магниты с величиной магнитной индукции порядка 0,47 Тл в межполюсном зазоре 20мм, что соответствует резонансной частоте около 20 МГц для протонов водорода.

Персональный компьютер типа IBM PC через интерфейс пользователя осуществляет связь оператора с устройствами ЯМР-анализатора в интерактивном режиме и предназначен для задания исходных данных и режимов работы, управления режимами измерений, контроля правильности функционирования ЯМР-анализатора и обработки результатов измерений.

Работа с ЯМР-анализатором состоит из следующих этапов:

- 1) подготовка к работе;
- 2) настройка;
- 3) измерения;
- 4) обработка результатов измерений;
- 5) вывод результатов измерений.

Конструктивно ЯМР-анализатор выполнен в виде двух блоков: блока магнитного и блока управления (Рис. 10.8). Электрическая связь между блоками и между блоком управления и компьютером осуществляется с помощью кабелей и жгутов, входящих в комплект прибора. В ЯМР-анализаторе предусмотрена регулировка положения пробирки с образцом в катушке датчика для улучшения формы и амплитуды сигнала путем расположения образца в зоне с максимальной однородностью магнитного поля. Блок магнитный конструктивно состоит из магнитной системы, датчика ЯМР-сигнала, установленного в зазор магнитной системы, и электронных устройств: контроллера магнитного блока, усилителя датчика, усилителя ЯМР-сигнала, ячейки управления нагревателями, модуля стабилизаторов. Электронные устройства рас-

положены в отсеках задней части магнитного блока. Корпус термостата магнитной системы выполнен из пенопласта.



*Рис. 10-8 Блок магнитный аппаратуры «ХРОМАТЭК-ПРОТОН 20М»*

Блок управления изготовлен на базе системного блока персонального компьютера, внутри которого располагаются электронные устройства: блок питания, приемник, передатчик, усилитель мощности, контроллер блока управления, модуль стабилизаторов. На задней панели установлены разъемы для подключения внешних устройств.

#### **Список литературы к главе 10**

1. [www.nuclphys.sinp.msu.ru](http://www.nuclphys.sinp.msu.ru)
2. Хаматдинов Р. Т., Митюшин Е. М., Барляев В. Ю., Мурцовкин В. А., Малинин А. В. Ядерно-магнитный томографический каротаж /Каротажник № 100, Тверь: Из-во АИС, ,2002, с. 138 – 172.
3. Фаррар Т., Беккер Э. Импульсная и Фурье спектроскопия ЯМР. М.: Мир, 1973.
4. ЯМР – АНАЛИЗАТОР «ХРОМАТЭК-ПРОТОН 20М» Руководство по эксплуатации.

## 11 Термогравиметрический анализ проб (дериватография)

При последовательном нагревании минералов с ними происходят различные изменения как физического состояния (плавление, испарение), так и, что более важно, химического состава – потеря воды, вначале рыхлосвязанной, затем прочносвязанной, разложение на определенные компоненты и т.д. Все эти превращения сопровождаются либо выделением тепла (экзотермические реакции), либо его поглощением (эндотермические реакции), причем эти фазовые переходы и связанные с ними скачки температуры специфичны для каждого минерала.

### 11.1 Термогравиметрический способ (способ сушки)

Термогравиметрический способ [1] заключается в непрерывном нагревании и взвешивании образцов породы при помощи термовесов дериватографа, регистрирующего на специальном бланке термогравитограмму (Рис.11.1), включающую температурную кривую  $T$ ; кривую дифференциально-термического анализа (кривую изменения теплосодержания образца) ДТА; дифференциальную кривую ДТГ (кривую скорости изменения массы) и интегральную кривую ТГ изменения массы. По оси абсцисс записывается температура  $t$  или время  $\tau$ , а по оси ординат - скорость  $dm_n/dt$  изменения массы  $m_n$  образца по температуре  $t$ , скорость  $dm_n/d\tau$  изменения массы  $m_n$  образца по времени  $\tau$  или изменение массы образца от температуры  $t$ . До начала регистрации кривых на бланк термогравитограммы впечатываются шкалы времени  $\tau$  вращения барабана самописца, температур и потери массы образца.

Присутствие в образце свободной и большого количества рыхлосвязанной воды искажает истинную картину выделения в ней различно связанных форм воды. Наилучшие результаты термической дегидратации получают при анализе образцов с низкой исходной влажностью.

Термогравиметрический способ позволяет с достаточной степенью точности исследовать образцы, насыщенные до состояния гигроскопической и максимально-гигроскопической влажности. При нагревании образцу сообщается необходимое количество энергии для отрыва сначала рыхлосвязанной воды, а затем слабосвязанной и прочносвязанной. Выделение первой происходит при температуре до  $200^\circ\text{C}$  с относительно большей скоростью, чем слабо- и прочносвязанной воды, вследствие чего на кривой ДТГ появляется первый минимум (Рис. 11.1). Слабо- и прочносвязанная вода также удаляется с неодинаковой скоростью, поэтому на кривой

ДТГ при температуре более 200°C наблюдается ряд дополнительных минимумов. Положение всех этих минимумов соответствует определенным температурам  $T_s$  и зависит от начального количества влаги в образце, скорости нагрева образца, энергии активации молекул воды и других факторов.

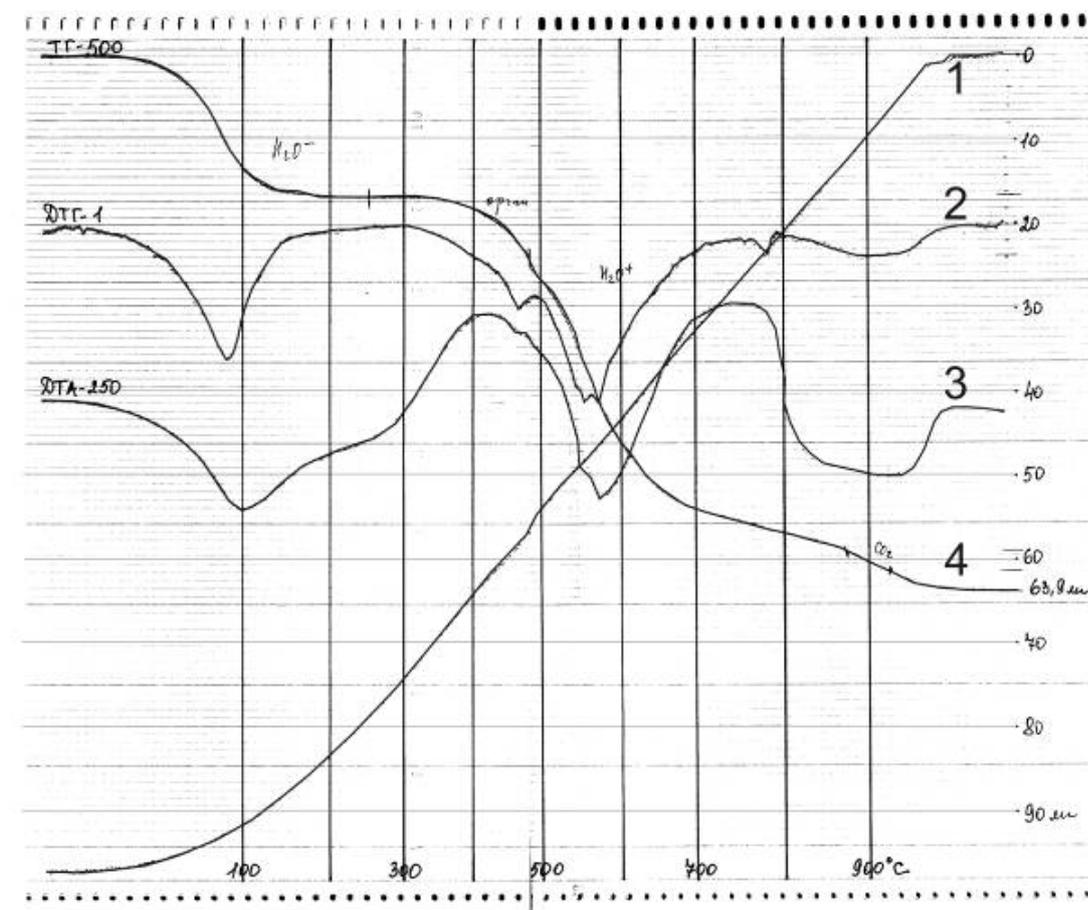


Рисунок 11.1 Пример термогравитогаммы. 1 – кривая изменения температуры во времени ( $T$ ); 2 – дифференциально-термическая гравитогамма (ДТГ); 3 – кривая дифференциально-термического анализа (ДТА); 4 – термогравитационная кривая (ТГ)

**Кривая ДТГ** совместно с кривой ТГ позволяет по характеру изменения массы образца установить потери влаги при нагревании за счет содержания воды энергетически различных типов. Если по кривой ТГ нельзя уловить начало и конец выделения определенного энергетического типа воды, то на кривой ДТГ минимумом отмечается точка, где заканчивается выделение воды одного типа и начинается выделение воды другого типа. Проектируя точки начала и конца выделения воды энергетически определенного типа на кривую ТГ, можно для них получить разницу масс  $m_{n1t1} - m_{n2t2}$  и  $m_{n3t3} - m_{n4t4}$ , соответствующих массам  $m_{в.слсв}$  и  $m_{в.прсв}$  выделенной слабо- или прочносвязанной воды, соответствующих температурам  $t_1 - t_2$  и  $t_3 - t_4$ .

Для определения температуры, при которой заканчивается выделение воды того или иного типа, необходимо провести параллельные оси ординат через точки пересечения температурной кривой (Рис. 11.1) с горизонтальными калибровочными температурными линиями на ось времени  $T$  (ось абсцисс).

Зная коэффициент общей пористости породы и ее плотность, можно рассчитать коэффициенты водонасыщения породы слабо- ( $K_{в.слсв}$ ), прочносвязанной ( $K_{в.нрсв}$ ) и суммарной связанной водой ( $K_{в.с}$ ) по формулам:

$$K_{в.слсв} = [(m_{n1t1} - m_{n2t2}) / \delta_{620}] [1 / V_{пор}] = [m_{в.слсв} \delta_c / \delta_{620} m_c K_n] \approx [m_{в.слсв} \delta_c / m_c K_n],$$

$$K_{в.нрсв} = [(m_{n3t3} - m_{n4t4}) / \delta_{620}] [1 / V_{пор}] = [m_{в.нрсв} \delta_c / \delta_{620} (m_c / \delta_c) K_n] \approx [m_{в.нрсв} \delta_c / m_c K_n],$$

$$K_{в.с} = [(m_{n1t1} - m_{n4t4}) / \delta_{620} V_{пор}] = [m_{в.с} \delta_c / \delta_{620} (m_c / \delta_c) K_n] \approx [m_{в.с} \delta_c / m_c K_n],$$

где -  $\delta_{620}$  – плотность воды при 20°C;  $V_{пор}$  - объем породы;  $m_c$  - масса скелета;  $\delta_c$  - плотность скелета;  $K_n$  - коэффициент пористости.

По полученным данным также рассчитываются влагоемкости изучаемой породы — максимально-гигроскопическая:

$$W_{r \max v} = [(m_{в.слсв} / \delta_{620}) / V_c] \approx [m_{в.слсв} \delta_c / m_c]$$

и гигроскопическая

$$W_{r v} = [(m_{в.нрсв} / \delta_{620}) / V_c] \approx [m_{в.нрсв} \delta_c / m_c]$$

Необходимо отметить, что на точность определения сильно влияют многие факторы и, в первую очередь, теплопроводность и теплоемкость образца, атмосфера внутри печи, состав газов внутри образца, начальное количество влаги в нем, форма держателя пробы и степень заполнения его породой, уплотненность породы, скорость увеличения температуры и т. д.

**Кривая ДТА** характеризует поглощение либо выделение тепла породой (минимумы и максимумы на кривой) при физических превращениях и химических реакциях, сопровождающихся изменением массы образца.

Сущность метода заключается в измерении разностей температур между исследуемым и эталонным образцами при их одновременном и идентичном нагреве или охлаждении (дифференциальной температуры). В качестве эталонного образца используется инертное вещество с близкими к исследуемому веществу значениями теплоемкости и теплопроводности, которое в исследуемом диапазоне температур не испытывает никаких структурных и фазовых изменений. Таким образом, возникающая при одновременном нагреве или охлаждении исследуемого и эталонного образцов разность температур между ними обуславливается эндо- или экзотермиче-

скими превращениями или реакциями в исследуемом образце. С помощью ДТА возможно определять и абсолютные характеристики материала: температуру и энергию активации фазовых превращений, теплоты фазовых превращений.

### 11.2 Аппаратура, оборудование, материалы

Для определения коэффициентов насыщения связанной водой применяется дифференциальная термогравиметрическая установка «Дериватограф» системы Ф. Паулик, Н. Паулик и Д. Эрдей [2].

Принципиальная схема прибора показана на Рис. 11.2. Аппаратура включает аналитические весы 7, печь 5, устройство для регулирования температуры печи по заданной программе, тигли для образца и эталона, систему регистрации скорости изменения массы образца, регулятор напряжения и гальванометрический самописец, работающий по принципу «световой луч — фотобумага». В современных устройствах ток гальванометров преобразуется в цифровой сигнал, и результирующие кривые выводятся в виде графиков на дисплей компьютера и записываются в цифровом виде.

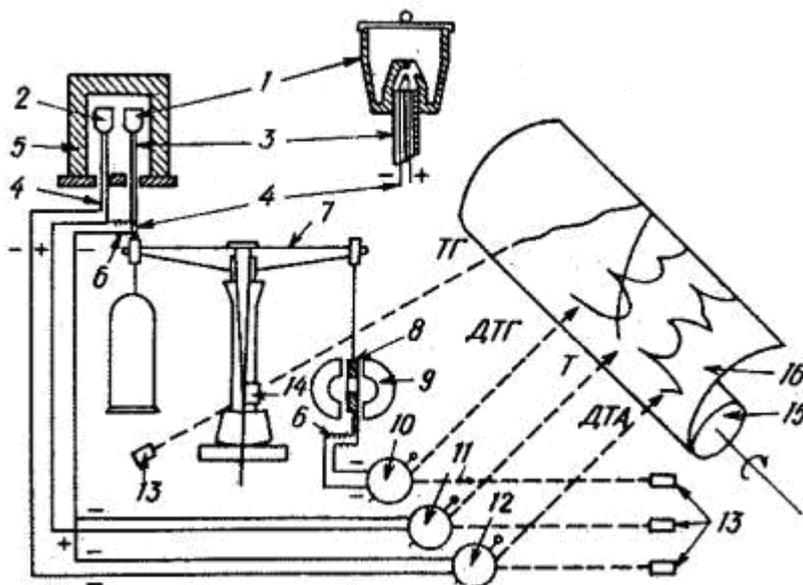


Рис.11.2 Принципиальная схема «Дериватографа». 1 – тигель для образца; 2 – тигель для инертного вещества; 3 – фарфоровая трубка; 4 – термопары; 5 – электрическая печь; 6 – нескручивающийся провод; 7 – весы; 8 – катушка; 9 – магнит; 10 – гальванометр для ДТГ; 11 – гальванометр для измерения температуры; 12 – гальванометр для ДТА; 13 – лампы; 14 – оптическая цель; 15 – цилиндр для фоторегистрации; 16 – фотобумага

Электрическая печь прокаливания предназначена для равномерного повышения температуры испытуемого образца породы и эталона. Регулируя напряжение в цепи питания печи, изменяют силу тока нагрева и тем самым температуру в печи.

Регистрирующее устройство установки состоит из барабана 15, приводного механизма, осветительных ламп 13 для нанесения отметок времени на светочувствительную бумагу 16 и штриховального устройства. Светочувствительная бумага закрепляется светонепроницаемой пластинкой с узкой продольной щелью 14. Перед щелью расположена стеклянная линза, фокусирующая блики гальванометров в плоскости светочувствительной бумаги. Калибровочные весовые и температурные штрихи наносятся на светочувствительную бумагу с помощью шаблона, освещенного штриховальной лампой.

Образец породы и инертное вещество помещают в жаропрочные тигли 1 и 2, которые вводятся в печь на полых фарфоровых трубочках 3. По этим же трубочкам в печь введены термодпары 4, спайные точки которых располагаются в испытуемом образце и в инертном веществе. Тигли накрывают кварцевым стаканом для обеспечения равномерности нагрева.

Помещенный в тигель образец породы нагревается, его температура определяется с помощью термодпары (помещенной внутри образца) и гальванометра 11, световой луч которого записывает на фотобумаге температурную кривую Т.

При помощи системы сопротивлений чувствительность гальванометра можно установить такой, при которой предельное отклонение луча соответствует выбранной температуре нагрева.

Нагрев приводит к уменьшению массы образца в результате потери воды, что изменяет положение освещенной щели коромысла весов. Световой блик от щели в масштабе, увеличенном системой линз, записывает на светочувствительную бумагу термогравиметрическую кривую ТГ.

Чувствительность аналитических весов - 0,2 мг, при этом смещение стрелки весов от 0 делений до 100 соответствует перегрузке в 20 мг. Изменение веса может быть различным и зависит от навески и типа процесса дегидратации и разложения вещества, поэтому чувствительность весов должна регулироваться в широких пределах. Это достигается смещением центра тяжести коромысла весов путем установки калибровочных гирь на призму, прикрепленную к стрелке.

**ДТГ**-кривая (производная ТГ по времени) получается с помощью приспособления, состоящего из магнита и индукционных катушек.

К коромыслу весов с одной стороны крепится фарфоровая трубочка с платиновым тиглем, в котором находится испытуемый образец, с другой - две индукционные катушки 8, находящиеся напротив полюсов магнита 9. Кривая скорости изме-

нения массы испытуемого вещества ДТГ регистрируется путем измерения силы тока, индуктированного в катушках при их перемещении в поле магнита. Гальванометр 10 измеряет ток, индуцированный в катушках, подвешенных к коромыслу аналитических весов. Противовес позволяет установить фарфоровую трубку в вертикальное положение и одновременно уравнивает катушку электромагнита.

Гальванометр 12 (**ДТА**) измеряет разность термо-ЭДС двух термопар с встречным включением, помещенных в тигли с пробой и эталоном. Обычно в качестве инертного вещества эталона используют окись алюминия  $Al_2O_3$ .

Измерение температур производится градуированным по температуре милливольтметром и чувствительным гальванометром.

### **Особенности установки «Derivatograf Q 1500»**

Общий вид прибора показан на Рис. 11.3. Конструкция прибора позволила присоединить к устройству через специальный блок (поз. 3) компьютер, с помощью которого производится частичное управление работой дериватографа, визуализация процесса измерения и запись результатов в файл с возможностью использования его в различных программах обработки.



*Рис. 11.3* Общий вид аппаратуры «Derivatograf» 1,2 - блоки питания и регулятора напряжения, 3 – блок связи с компьютером, 4 – блок гальванометров, 5 - измерительный блок

Основание дериватографа смонтировано на столе (поз. 4), внутри которого расположены светоотражатели бликов гальванометров, барабан фоторегистратора и регистрирующий прибор для записи на светочувствительную бумагу изменений температуры и массы образца.

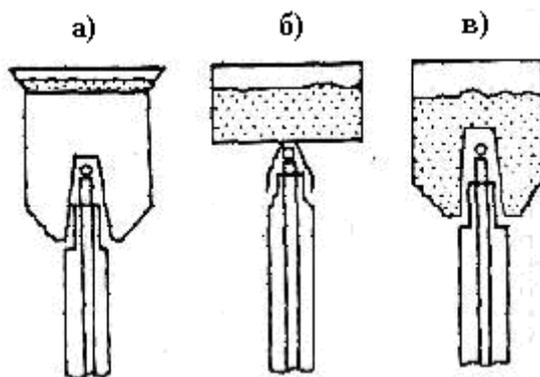
Специальные весы расположены в левой части корпуса (поз. 5) за перегородкой, защищающей их от нагрева. Аналитические весы с воздушным демпфированием балансира имеют точность  $20 \pm 0,2$  мг при предельном отклонении, рабочий интервал измерения массы — от 10 мг до 10 г (9,999 г).

Скорость нагрева печи ( $0,6 \div 20$ ) град/мин. При включении тока нагрева загорается сигнальная лампочка на передней панели измерительного блока (поз. 5). С помощью электромотора, расположенного на основной плите аппарата, печь поднимает с основания до заданной высоты. Во время работы мотора горит сигнальная лампочка.

Две фарфоровые трубочки служат для крепления тиглей, введения в печь термопар и осуществляют связь с весами. Максимальная температура в печи -  $1500^{\circ}\text{C}$ . Измерения могут проводиться в атмосфере воздуха и в потоке инертного газа.

Три пары тиглей из тугоплавкого материала (платины или алунда) (Рис. 11.4) различной емкости позволяют исследовать образцы массой от 0,2 г. Тигли подбираются так, чтобы после проведения опыта уровень заполнения их породой был несколько выше середины. На дне каждого тигля имеется выемка для ввода спайной точки термопары.

Дериватограф имеет две печи, что позволяет повысить производительность прибора.



*Рис. 11.4 Типы кернодержателей «Дериватографа». а – образец породы нанесен тонким слоем (дегидратация происходит с максимальной скоростью); б – образец помещен в низком тигле (дегидратация происходит со средней скоростью); в – образец помещен в высоком тигле (дегидратация происходит с минимальной скоростью)*

### 11.3 Порядок проведения работы

1. Подготовка образца. Исследуемые образцы массой ~ 0,2 г высушивают, затем растирают до размера частиц < 0,5 мм и выдерживают в эксикаторе над парами насыщенного раствора  $K_2SO_4$  до состояния гигроскопической  $W_{rv}$  (при  $p/p_s \approx 0,4$  или максимально-гигроскопической  $W_{rmaxv}$  (при  $p/p_s \approx 1$ ) влажности ( $p/p_s$  — относительная упругость пара в эксикаторе).

2. С помощью пускателя подключить всю установку к сети. Включить блок №3 тумблером, расположенным на передней панели, за 40 мин до начала измерений. Включить блок №1 тумблером, расположенным на передней панели. На блоке гальванометра появится световой зайчик.

3. Для обеспечения доступа к тиглям поднять печь, установив переключатель «Вверх—стоп—вниз» в положение «Вверх». Выбрать один из алундовых тиглей в зависимости от массы исследуемого образца, снять кварцевый стакан и установить тигель на фарфоровую трубку. Во втором тигле того же типоразмера должен находиться эталон - порошок инертного вещества ( $Al_2O_3$ ).

4. Выбрать чувствительность весов из ряда: 1:20; 1:50; 1:100; 1:1000; 1:2000 с учетом потери массы образца и примерно зная его состав. Чем больше водонасыщенность образца, тем меньше чувствительность весов.

5. Произвести тарировку весов (с пустым тиглем), для чего разарретировать весы, повернув ручку регулятора, расположенную дальней внизу на левой панели блока №5 и уравновесить весы, установив «зайчик» гальванометра в нулевое положение. ВНИМАНИЕ! Фарфоровые трубочки с термопарами не должны касаться стенок отверстий в печи.

6. После окончания тарировки весы арретировать.

7. Поместить исследуемый образец в выбранный тигель и уравновесить весы стаканчиком с дробью аналогично пп. 5 и 6.

8. Прикрыть термопары и тигли кварцевым стаканом и опустить печь, установив переключатель «Вверх—стоп—вниз» в положение «Вниз».

9. Дезарретировать весы.

10. Повернуть ручку регулятора, расположенную дальней внизу на левой панели блока №5. Включение подтверждается загоранием красной лампочки на передней панели блока.

11. Выждать 5 мин до успокоения весов.

12. Запустить программу «Экохром».

13. Выбрать окна «Конфигурация»  $\Rightarrow$  «Паспорт»  $\Rightarrow$  «Параметры анализа». В это ок-

но внести вес пробы, температуру нагрева и диапазон чувствительности весов. Остальные значения – по умолчанию.

14.Вернуться в основное окно и выбрать окно «Анализ» ⇒ «Запуск» ⇒ «Имя файла». Заполнить окно и нажать «Enter».

15.Нажать кнопку «ON» на блоке №2 и кнопку синхронизации на блоке №3. Процесс измерения запущен. Зафиксировать время запуска в рабочей тетради.

16.На экране монитора в 4-х окнах показывается процесс записи измерений, а отклонения «зайчика» весов показывает уменьшение массы образца. Во время измерения фиксируют и записывают в рабочую тетрадь изменение массы образца и интервал времени, прошедший от момента включения нагрева. Частота фиксирования – 5 – 30 мин. в зависимости от скорости потери массы.

17.Во время измерения необходимо вносить коррекцию в параметр «потеря веса – интервал времени», для чего во втором окне нажимать кнопку «Масса» и заносить в соответствующую таблицу записанные данные по изменению массы образца. Кривая в окне должна идти по внесенным точкам. Возможное количество внесения коррекций – 7 раз.

18.При достижении температуры 1000°C эксперимент закончен.

19.Нажать кнопку «Запись» ⇒ «Исходный файл» и дать имя файлу.

20.Нажать кнопку «Запись- txt» и повторно внести имя файла.

21.В четвертом окне нажать кнопку «Обработка» ⇒ «Формирование ТГ». Программа вычисляет ошибку эксперимента. При большой величине погрешности можно откорректировать по показаниям, записанным во время измерения, внося дополнительные точки на кривую в окне 4. Исправленные значения заносятся в другой файл.

22.Приподнять печь над основанием на 4 - 5 мм для обеспечения равномерного остывания. ВНИМАНИЕ! Полностью открывать печь нельзя, т.к. может лопнуть кварцевый стакан.

23.Отключить установку от сети, выключив блоки 1, 2, 3 и пускатель.

24. Записанные файлы открываются в программе «Excel», строятся графики и определяются массы  $m_{в.слсв}$  и  $m_{в.прсв}$  слабо- и прочносвязанной воды по кривой ТГ и температуре  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$  и  $t_4$  их выделения.

Пример измеренной дериватограммы на компьютеризированном комплексе приведен на Рис. 11.5.

По кривой ДТА, пользуясь справочником, определяют минеральный состав образца.

## 11.4 Погрешность результатов определений

Наибольшая относительная метрологическая погрешность определения коэффициента связанной воды равна:

$$\Delta k_{B,CB}/k_{B,CB} = \Delta m_{B,CB}/m_{B,CB} + \Delta \delta_c/\delta_c + \Delta m_c/m_c + \Delta k_{II}/k_{II}$$

Из формулы видно, что относительные погрешности  $\Delta k_{B,CB}/k_{B,CB}$  тем больше, чем больше относительные погрешности определения массы связанной воды, плотности, массы сухой породы и коэффициента пористости  $k_{II}$ .

Точность измерения массы образца и выделившейся из него воды определяется двумя факторами: точностью приборов и точностью оценки. Точность оценки искомых значений важна только для кривых ТГ и Т, так как кривые ДТГ и ДТА для количественных определений не используются.

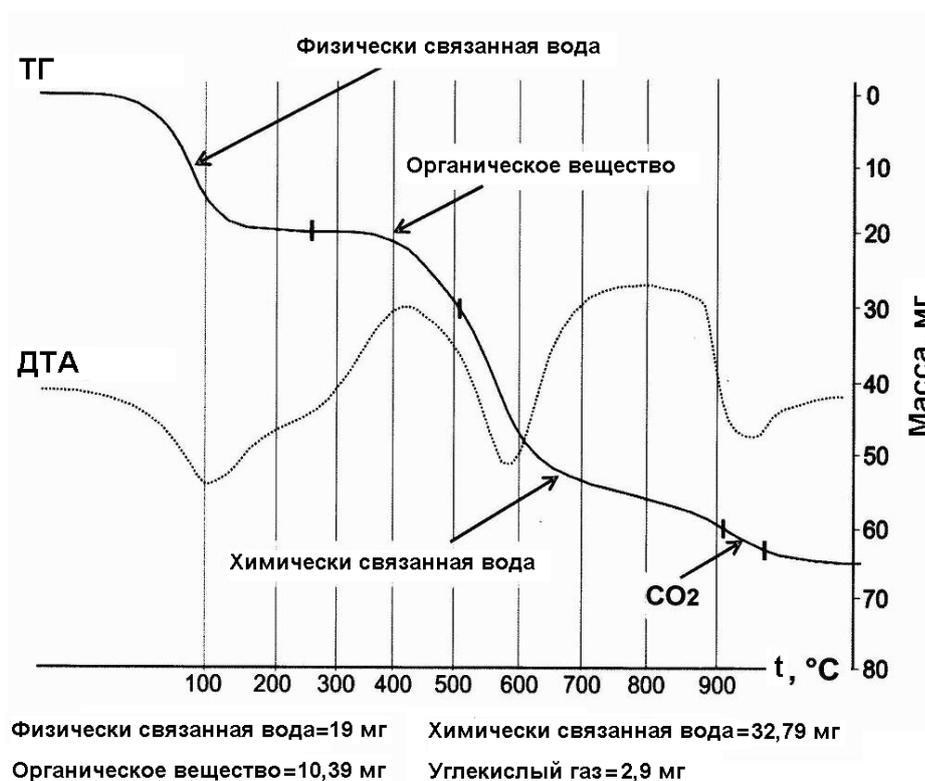


Рис. 11.5. Пример измеренной и обработанной деривотограммы

При наиболее часто применяемой чувствительности в 200 мг точность отсчета по световой линейке составляет  $\pm 0,5$  мм, или 0,2 % от массы. Точность измерения массы сухого образца на аналитических весах -  $10^{-4}$  г, плотности сухого образца  $10^{-2}$  г/см<sup>3</sup>, коэффициента общей пористости -  $\pm 0,1\%$ . При навеске породы 200 мг плотностью 2,2 г/см<sup>3</sup> и общей пористостью 0,2 относительная погрешность:

$$\Delta k_{B,CB}/k_{B,CB} = 0,25\% + 0,02\% + 0,05\% + 0,5\% = \pm 0,87\%$$

Основные погрешности расчета коэффициента связанной воды обусловлены погрешностью определения массы выделившейся при нагревании связанной воды по термогравитограмме дериватографа и погрешностью определения коэффициента общей пористости породы.

#### **Список литературы к главе 11**

1. Кобранова В.Н., Извеков Б.И., Пацкевич С.Л., Шварцман М.Д. Определение петрофизических характеристик по образцам. М.: Недра, 1977.
2. Определение петрофизических характеристик по образцам/Под. ред. В.Н.Дахнова, М.: Недра, 1977. 432 с.

## **12 Определение содержания естественных радиоактивных элементов в горных породах гамма-спектрометрическим методом**

### **12.1 Теоретические основы**

Особый интерес для исследования горных пород представляют естественные радиоактивные элементы (ЕРЭ):  $^{40}\text{K}$  и ряды  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$  с периодами полураспада порядка  $10^7 - 10^{10}$  лет. Знание концентраций ЕРЭ породы, находящихся в состоянии радиоактивного равновесия, может дать важную информацию о количестве и качестве глинистых минералов, входящих в горную породу, литологической принадлежности, характере гидродинамических процессов, протекавших при разработке пласта и др.

Принципиально методика [3, 4] определения концентраций ЕРЭ построена на регистрации гамма-излучения, возникающего при распаде ядер ЕРЭ, и последующей обработке полученных данных с использованием метрологического обеспечения метода. По способу регистрации гамма-излучения ЕРЭ различают интегральный и спектрометрический метод. В интегральном гамма-методе регистрируется общее излучение, что упрощает как аппаратную часть, так и последующую обработку, но не позволяет определять концентрации отдельных ЕРЭ. Спектрометрическая модификация гамма-метода, основанная на регистрации распределения гамма-квантов по энергии (энергетических спектров), требует более сложной аппаратуры и метрологии, но при этом позволяет определять, помимо общей радиоактивности породы, концентрации естественных радиоактивных элементов.

Гамма-спектрометрическая аппаратура позволяет для каждого образца регистрировать спектры ЕРЭ, подобные тому, который показан на Рис. 12.1. Количество

регистрирующих каналов, линейно связанных с энергией гамма-квантов, для разных типов аппаратуры различно, но, как правило, составляет 1024.

$I$ , имп./час

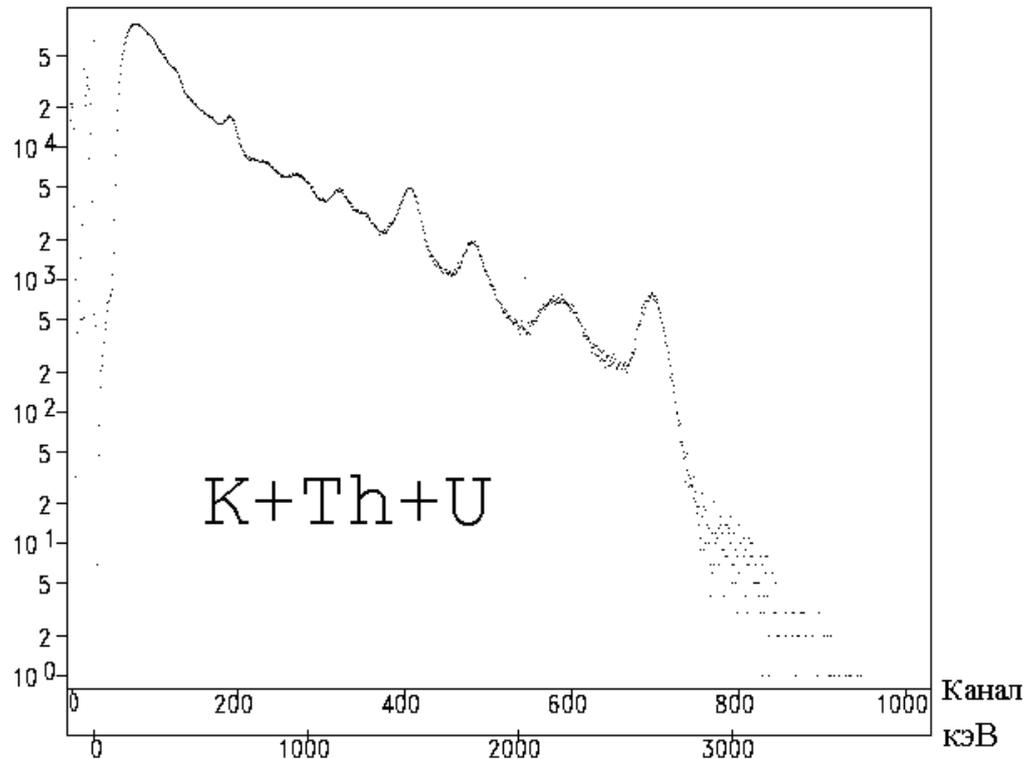


Рис. 12.1 Энергетический спектр образца, содержащего все ЕРЭ

При радиоактивных измерениях концентраций ЕРЭ имеет место принцип аддитивности, т.е. суммарный спектр излучения всех излучателей  $\Omega$  можно представить в виде суммы спектров каждого отдельного излучателя, так называемых элементарных спектров (Рис. 12.2), с соответствующими весами, которые являются суть концентрациями ЕРЭ:

$$\Omega = S_K C_K + S_{Th} C_{Th} + S_U C_U, \quad (12.1)$$

где  $S_K, S_{Th}, S_U$  – элементарные спектры калия, тория и урана соответственно,  $C_K, C_{Th}, C_U$  – концентрации калия, тория и урана в исследуемом образце.

Поскольку измеренный спектр представляет собой совокупность скоростей счета в энергетических каналах, для  $i$ -го канала можно записать:

$$\Omega_i = S_{Ki} C_K + S_{Thi} C_{Th} + S_{Ui} C_U, \quad (12.2)$$

где  $i$  – номер канала,  $1 \dots n$ , где  $n$  – количество каналов спектрометра. Решение в матричном виде получившейся переопределенной системы линейных алгебраических уравнений:

$$\Omega = C * S, \quad (12.3)$$

где  $\Omega$  – измеренный спектр (вектор-столбец  $[1, n]$ );  $S$  – элементарные спектры K, Th, U (матрица  $[3, n]$ );  $C$  – концентрации K, Th, U - можно получить методом наименьших квадратов:

$$C = (S^T P S)^{-1} (S^T P \Omega), \quad (12.4)$$

где  $P$  – диагональная матрица весов  $[n, n]$ ,  $P_{ii} = \frac{1}{\sqrt{1 + \Omega_i}}$ .

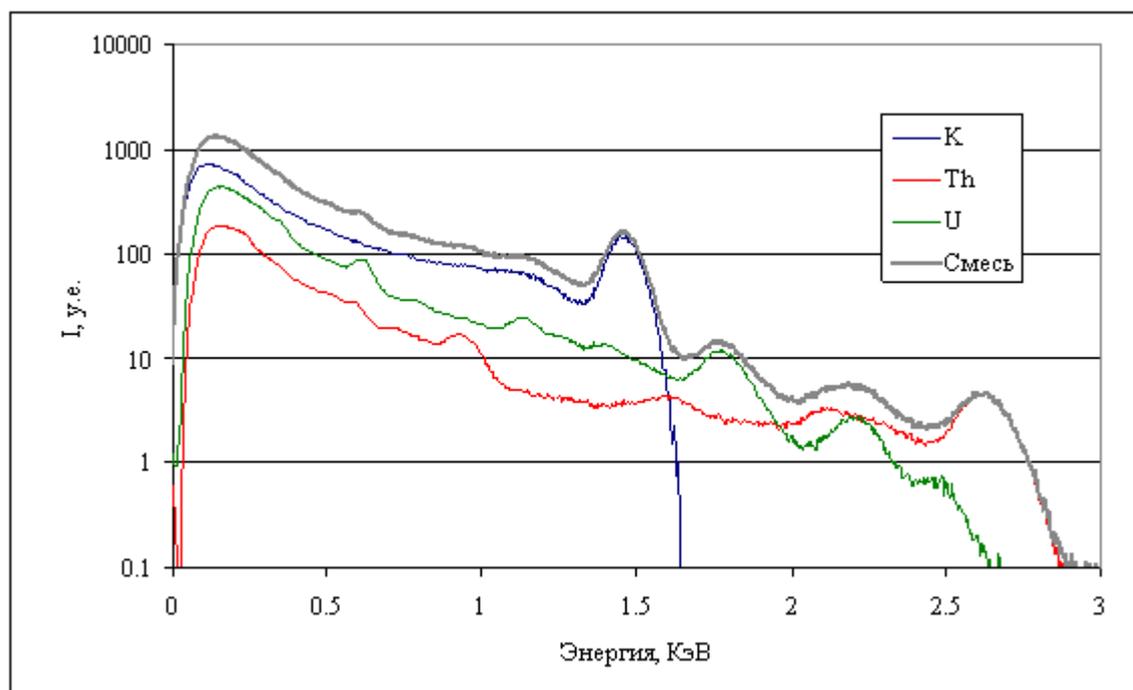


Рис. 12.2 Суммарный спектр ЕРЭ (смесь) и элементарные спектры K, Th, U  
Элементарные спектры входят в метрологическое обеспечение аппаратуры.

## 12.2 Описание измерительной установки

Измерительная установка профильных измерений концентраций ЕРЭ МКС-01А «Мультирад» [1, 2] состоит из четырех спектрометрических блоков детекторов (трактов), расположенных в свинцовых экранах и подключенных к ПЭВМ, блока измерения плотности керна, блока управления механизмом подачи керна (привод) и станины с конвейерной лентой для автоматической подачи образцов керна (Рис. 12.3). Каждый сцинтилляционный тракт регистрации гамма-излучения содержит сцинтилляционный блок детектирования на основе кристалла йодистого цезия, усилитель и блок свинцовой защиты от фонового излучения.

Принцип действия установки заключается в получении аппаратных спектров импульсов от детекторов, регистрирующих гамма-излучение образца, экспонируемого в фиксированных условиях измерения на ленте конвейера. Активность радио-

нуклида в исследуемом образце определяется путем обработки полученной спектрограммы с помощью программного обеспечения «ПРОГРЕСС». Пакет программ «ПРОГРЕСС» состоит из набора независимых программ для каждого спектрометрического тракта, объединенных в единой программной оболочке. «ПРОГРЕСС» позволяет управлять работой каждого самостоятельного спектрометрического тракта, анализировать спектрограмму и идентифицировать радионуклиды, определять активность соответствующих нуклидов в образце, рассчитывать погрешность измерения активности и протоколировать результаты измерений.

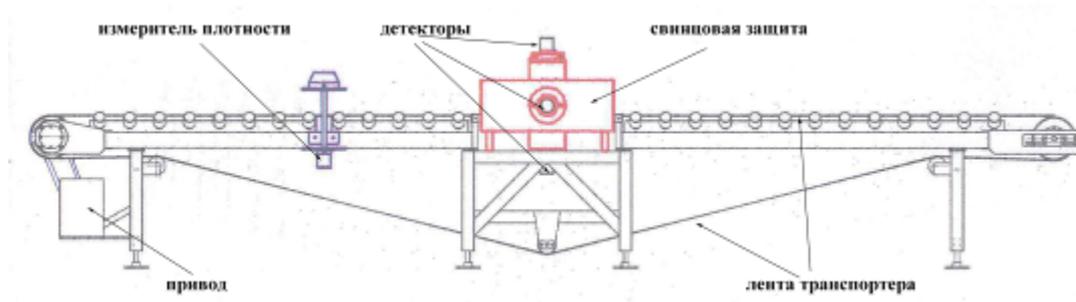


Рис. 12.3 Схема измерительной установки МКС-01А «Мультирад»

Меню устройства позволяет выбрать одну из стандартных измерительных задач. Каждая задача в соответствии с определенным сценарием управляет измерительными устройствами и двигателем, обрабатывает суммарный спектр и спектры отдельных устройств и заносит результаты измерений в базу данных.

### 12.3 Проведение измерений

Измерения радиоактивности горных пород представленных керном на установке МКС-01А «Мультирад» можно разбить на несколько этапов:

- I. Подготовка установки к работе.
- II. Проведение калибровочных измерений на метрологическом образце, содержащем изотопы  $^{40}\text{K}$  и  $^{137}\text{Cs}$ .
- III. Измерение общей радиоактивности и концентраций ЕРЭ горных пород.

#### 12.3.1 Подготовка установки к работе

- Включите компьютер и тумблер питания детекторов в шкафу управления.
- Отключите ручной режим управления двигателем.
- Прогрейте установку в течение 20 мин.

### 12.3.2 Проведение калибровочных измерений

Проведите энергетическую калибровку спектрометров, для чего следует произвести следующие действия:

- поместить калибровочный источник на ленту транспортера напротив детекторов;
- войти в программу через значок «ПРОГРЕСС» на рабочем столе компьютера. После загрузки программа отображает на экране состояние устройства «GeoScanner»;
- войти в меню «Пуск»;
- выбрать задачу «Энергетическая калибровка»;
- нажать кнопку «Продолжить».

Аппаратура включает регистрацию спектра калибровочного источника на 150 с.

Полученный спектр представляет собой сумму спектров, измеренных всеми детекторами гамма-излучения (Рис. 12.4), и содержит два ярко выраженных пика –  $^{137}\text{Cs}$  и  $^{40}\text{K}$ . В таблице результатов отображаются результаты обработки данного спектра.

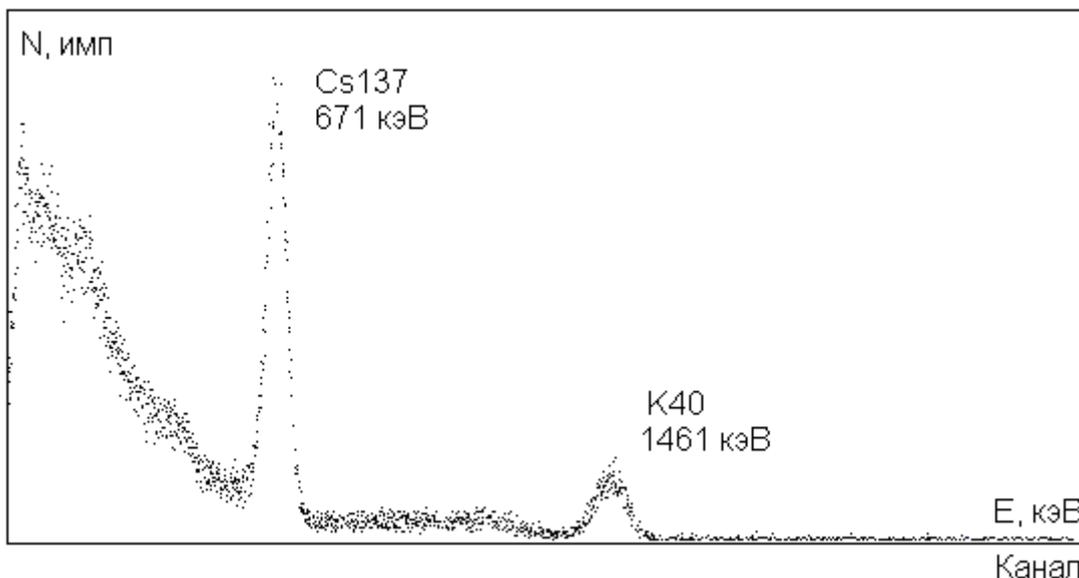


Рис. 12.4 Измеренный аппаратурный спектр калибровочного источника <Cs-137 + K-40>

Контрольные значения величин, получаемых при энергетической калибровке, указаны в таблице 12.1

Таблица 12.1 Контрольные значения величин, получаемых при энергетической калибровке установки

Излучатель	Энергия, МэВ	Скорость счета, $\text{с}^{-1}$	Позиция, канал
$^{40}\text{K}$	1,461	$16 \pm 20\%$	$400 \pm 20\%$
$^{137}\text{Cs}$	0,662		$180 \pm 20\%$

Устройство считается годным к проведению измерений, если позиции пиков полного поглощения и значение скоростей счета импульсов от контрольного источника (с учетом поправки на распад) не выходят за пределы интервала, указанного в таблице 12.1.

После окончания измерения убрать калибровочный источник.

### **12.3.3 Измерение общей радиоактивности и концентраций естественных радиоактивных элементов горных пород**

Для проведения измерений следует произвести следующие действия:

- расположить керн на ленте транспортера в последовательности, соответствующей его позиции в скважине, так, чтобы детекторы оказались над точкой начала измерений ( $\approx 5$  см от торца колонки керна);
- войти в меню «Пуск»;
- создать базу данных - выбрать задачу «Сканирование активности ЕРН» и ввести значения параметров, определяющих режим измерений и скорость движения транспортера, диаметр колонки керна и справочную информацию;
- установить переключатель направления движения таким образом, чтобы лента транспортера двигалась по направлению к ведущему барабану.
- нажать кнопку «Продолжить».

В процессе измерения программа автоматически проводит обработку спектрограммы в соответствии с выбранным алгоритмом и периодически заносит результаты обработки в журнал.

Результаты измерения фиксируются программой в рабочем журнале. Данные из журнала могут быть представлены как в виде таблиц, так и в виде графических распределений активности по длине керна.

Для просмотра результатов измерений войдите в рабочий журнал (меню - ). На закладке данные рабочего журнала отображается таблица с результатами измерений.

Для построения графических распределений активности по длине керна можно пользоваться шаблоном «Diagrams.Dot», который находится в одном каталоге с файлом рабочего журнала. Для загрузки данных и построения диаграмм редактором Word дважды щелкните мышью на файле Diagrams.dot.

Для совмещения распределений активности по длине керна с каротажными кривыми можно пользоваться программой «WorkPlace». Результаты измерений могут быть импортированы из рабочего журнала в данные программы при помощи СУБД «Acsses».

## Список литературы к главе 12

1. Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного гамма-спектрометра «МУЛЬТИРАД-ГЕО. Менделеево, 2003.
2. Паспорт, техническое описание и руководство по эксплуатации «МУЛЬТИРАД-ГЕО». 2007
3. Пегоев А. Н. Практические приемы обработки данных в прикладной гамма-спектрометрии. Л.: Гидрометеиздат, 1980.
4. Белохин В.С., Калмыков Г.А., Ревва М.Ю. Методика обработки многоканального спектрометрического гамма-каротажа с использованием элементарных спектров. Каротажник №10 - 11, 2004.

## 13 Нейтрон-активационный анализ - определение элементного состава

Активационный, или радиоактивационный, анализ в геологии применяется для определения концентраций элементов, присутствующих в малых количествах в образцах горных пород. Пределы обнаружения при определении составляют  $\sim 10^{-4} - 10^{-5} \%$  [2].

Метод основан на регистрации излучений радиоактивных изотопов, возникающих в результате ядерной реакции на определяемом элементе. В качестве активирующих частиц используют гамма-кванты, протоны и др., но наиболее часто – нейтроны. Анализ, при проведении которого используются нейтроны, называется нейтронно-активационным анализом (НАА).

В качестве источников излучения используются атомные реакторы или генераторы нейтронов, создающие плотность потока выше  $10^{14}$  частиц/с·см<sup>2</sup>.

Ядра атомов большинства элементов легко поглощают нейтроны, особенно если скорость последних не очень велика. В результате поглощения нейтронов ядрами чаще всего испускаются мгновенные гамма-кванты, такую ядерную реакцию называют радиационным захватом (РЗ) нейтронов и обозначают через  $(n, \gamma)$ . Радиационный захват нейтронов приводит, как правило, к образованию радиоактивных ядер. Иначе говоря, увеличение числа нейтронов в ядре на единицу делает его нестабильным. Рассмотрим процесс на примере измерения концентрации золота [1, 3].

При поглощении нейтронов ядрами золота  $^{197}\text{Au}$  в реакции  $^{197}\text{Au}(n, \gamma)^{198}\text{Au}$  возникает радиоактивный изотоп золота  $^{198}\text{Au}$ , который с периодом полураспада 2,7 дня распадается по реакции  $^{198}\text{Au}(\beta, \gamma)^{198}\text{Hg}$ , сопровождаемой излучением фотонов с энергией 412 кэВ (Рис. 13.1).

Количество данного радиоактивного изотопа, образующегося в веществе при облучении нейтронами, прямо пропорционально количеству его стабильного предшественника и, следовательно, служит мерой содержания элемента в анализируемом объеме. Например, чем выше концентрация золота, тем больше возникает радиоактивных ядер  $^{198}\text{Au}$  и тем интенсивнее будет гамма-излучение с энергией 412 кэВ.

Важно, что каждый сорт радиоактивных ядер характеризуется собственной энергией гамма-излучения, сопутствующего бета-распаду. Это обеспечивает возможность избирательного определения одного или нескольких элементов. Поэтому зарегистрированный энергетический гамма-спектр содержит информацию о концентрации целого ряда химических элементов. При использовании в качестве детектора полупроводникового кристалла с высокой разрешающей способностью зарегистрированный спектр получается линейчатым, как показано на Рис. 13.2.

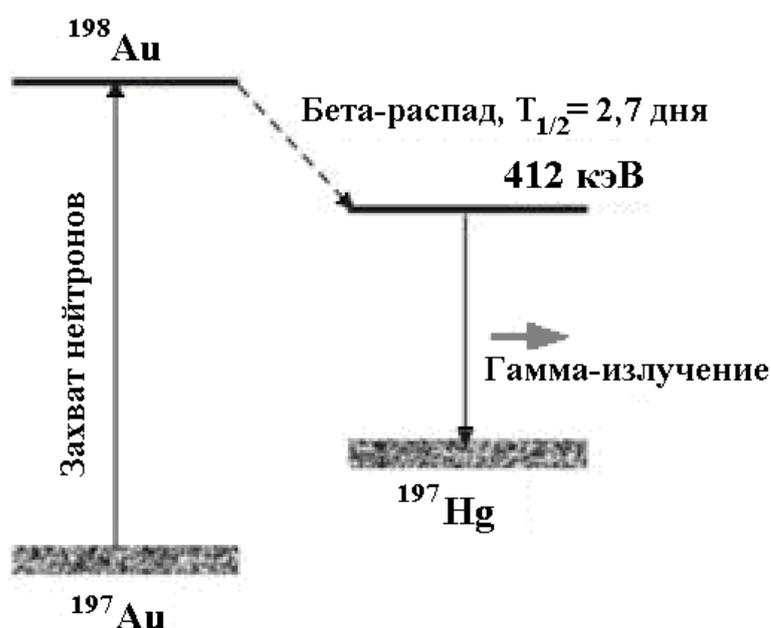


Рис. 13.1 Схема активации и распада изотопов золота

В результате облучения образца в нем накапливаются активированные ядра, число которых пропорционально плотности потока бомбардирующих частиц  $\Phi$ , сечению реакции  $\sigma$ , количеству стабильного изотопа анализируемого элемента в облучаемой пробе  $N_x$ .

Но одновременно начинается процесс распада, который зависит от периода полураспада  $T_{1/2}$  [2]:

$$T_{1/2} = \ln 2 / \lambda = 0,693 / \lambda, \quad (13.1)$$

где  $\lambda$  – величина, обратная среднему времени жизни данного элемента.

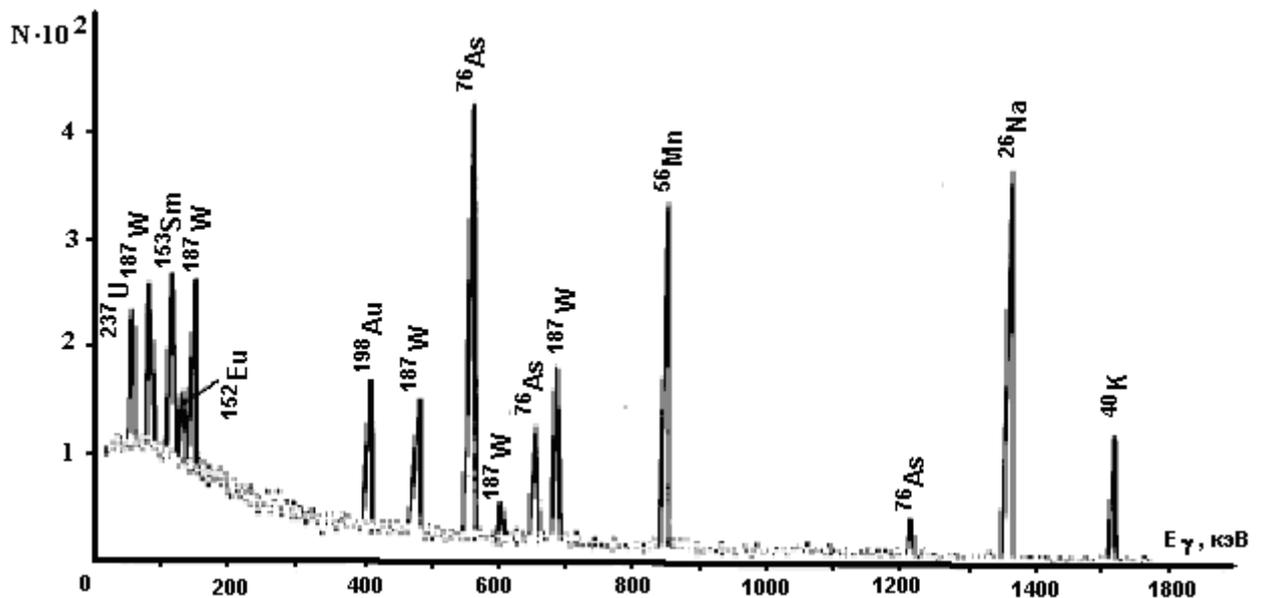


Рис. 13.2 Пример определения элементного состава образца по спектрам гамма-излучения

Скорость накопления радионуклида  $dN/dt$  во время облучения исследуемой пробы можно описать дифференциальным уравнением:

$$\frac{dN}{dt} = \sigma \Phi N_x - \lambda N \quad (13.2)$$

где  $\sigma \Phi N_x$  — скорость образования радиоактивных ядер в пробе,  $\lambda N$  — скорость их распада.

Интегрируя уравнение (13.2) и используя соотношение (13.1), получим выражение для вычисления активности радионуклида, накопившегося в пробе за время облучения  $A$ :

$$A - \lambda N = \sigma \Phi N_x [1 - \exp(-\lambda t_{обл})] - \sigma \Phi N_x [1 - \exp(-0.693 t_{обл} / T_{1/2})], \quad (13.3)$$

где  $N$  — количество накопившихся радиоактивных ядер;  $t_{обл}$  — время облучения.

Если время облучения намного больше периода полураспада  $t_{обл} \gg (8-10) T_{1/2}$ , то экспоненциальное слагаемое в (13.3) пренебрежимо мало по сравнению с единицей, и тогда

$$A_{t_0} = \sigma \Phi N_x. \quad (13.4)$$

Активность  $A_{t_0}$  называется **активностью насыщения**, или равновесной активностью.

После облучения некоторое время затрачивается на транспортировку пробы к установке детектирования, или проба специально выдерживается для распада мешающих анализу более короткоживущих продуктов ядерных реакций. В результате распада активность определяемых радионуклидов тоже уменьшается в соответствии с выражением (13.2):

$$A_{\text{выд}} = \sigma \Phi N_x [1 - \exp(-\lambda_{\text{обл}})] \exp(-\lambda_{\text{выд}}), \quad (13.5)$$

где  $A_{\text{выд}}$  — активность определяемого нуклида после выдержки;  $t_{\text{выд}}$  — время между концом облучения и началом измерения активности.

Вывод уравнения (13.3) сделан без учета уменьшения количества («выгорания») исследуемых стабильных ядер  $N_x$  в пробе при облучении, поскольку «выгорание» незначительно и заметно только для изотопов с большим сечением взаимодействия и при длительном облучении. Было также предположено, что плотность потока активирующих частиц во время облучения не меняется.

Активность определяемого нуклида после выдержки пропорциональна количеству импульсов в его пике/пиках зарегистрированного спектра (Рис. 13.2). Как видно их рисунка, кроме пика определяемого элемента (в данном случае Au), в спектре имеются линии других элементов, поэтому в результате, как правило, определяются концентрации не одного, а более двух десятков элементов.

Количество зарегистрированных в процессе анализа импульсов с учетом уменьшения активности во время измерения выражается следующим соотношением:

$$\Delta A = \sigma \Phi m_x \cdot 6.023 \cdot 10^{23} Y \nu \varepsilon [1 - \exp(-\lambda_{\text{обл}})] [1 - \exp(-\lambda_{\text{изм}})] \frac{\exp(-\lambda_{\text{изм}})}{\lambda_{\text{изм}}}, \quad (13.6)$$

где  $m_x$  — масса определяемого элемента в пробе,  $Y$  — относительная распространенность изотопа,  $\nu$  — квантовый выход излучения,  $\varepsilon$  — эффективность регистрации излучения данного вида,  $t_{\text{изм}}$  — время измерения.

Если период полураспада радионуклида достаточно велик, т.е.  $T_{1/2} \gg t_{\text{изм}}$  то выражение (13.6) принимает вид:

$$\Delta A = \sigma \Phi m_x \cdot 6.023 \cdot 10^{23} Y \nu \varepsilon \lambda_{\text{обл}} \frac{t_{\text{изм}}}{T_{1/2}} \ln 2 \quad (13.7)$$

Используя выражения (13.7) или (13.6), по измеренным значениям  $\Delta A$  вычисляют содержание исследуемого элемента  $m_x$  в пробе. Заметим, что из последнего уравнения (13.7) следует, что с увеличением периода полураспада уменьшается число полезных зарегистрированных сигналов. Следовательно, экспрессность анализа будет выше при анализе проб по короткоживущим радионуклидам.

Приведенный метод определения содержания элемента по активности накопившегося радионуклида без привлечения эталона называется **абсолютным методом**. Однако в этом случае необходимо знать плотность потока и энергию бомбардирующих частиц.

Указанные выше трудности отсутствуют в относительном методе, при котором одновременно с анализируемой пробой облучается эталон с точно известным количеством определяемого элемента. Наведенные активности эталона и пробы измеряют в одинаковых условиях, а содержание определяемого элемента вычисляют из соотношения  $m_x = m_s A_x / A_s$ , где  $m_x$  и  $m_s$  — масса элемента в пробе и эталоне;  $A_x$  и  $A_s$  — активность пробы и эталона соответственно.

Исследование без разрушения образцов называют **инструментальным активационным анализом**.

Если при облучении пробы получается сложная смесь радионуклидов и ее невозможно расшифровать из-за совпадения или наложения близких по энергии гамма-квантов, то облученную пробу растворяют, проводят радиохимически чистое выделение отдельных элементов или группы элементов и затем по измеренной активности радионуклидов рассчитывают содержание элементов. Такой вариант называется **активационным анализом с радиохимическим разделением**.

Разработан также ряд вариантов, в которых сочетаются техника активационного анализа и метод изотопного разбавления. Например, в безэталонном варианте облученный образец растворяют, разделяют на две равные части  $m_{x1}$  и  $m_{x2}$ . Далее к части  $m_{x1}$  добавляют известное количество стабильного носителя  $m_0$  и затем из обеих частей  $m_{x1} + m_0$  и  $m_{x2}$  выделяют одинаковые количества определяемого элемента  $\delta m$ , проводят измерения и вычисляют неизвестное содержание определяемого элемента:

$$A_{x1} = \frac{0.5 A \delta m}{m_{x1} + m_0}, \quad A_{x2} = \frac{0.5 A \delta m}{m_{x2}}$$

Так как  $m_x = m_{x1} + m_{x2}$  и  $m_{x1} = m_{x2}$ , то

$$m_x = \frac{2m_0 A_s}{A_{x2} - A_{x1}}$$

где  $A$  — активность радионуклида в пробе;  $A_{x1}$  и  $A_{x2}$  — активность проб, взятых из первой и второй половин раствора пробы соответственно;  $m_x$  — неизвестная масса определяемого элемента в пробе.

К числу **достоинств** метода НАА относятся: высокая чувствительность, независимость результатов измерения от химических свойств элементов, возможность определения содержания большого числа элементов (более 25) из одной навески пробы, возможность анализа маленьких (от нескольких миллиграммов) навесок образца, высокая производительность.

Нейтронно-активационный анализ может проводиться без разрушения образца, что особенно ценно при исследовании уникальных объектов.

По сравнению с другими аналитическими методами в нейтронно-активационном анализе намного меньшее влияние так называемого «матричного эффекта». Это означает, что на определение примесных элементов практически не сказываются элементы, составляющие основу вещества. Иными словами, нейтронно-активационному методу доступно измерение содержания микроэлементов в самых разнообразных материалах.

К числу **недостатков** можно отнести необходимость работы с мощными источниками нейтронов, низкую чувствительность метода при определении содержания ряда элементов (Zr, Nb, Sn, Te, Tl, Bi), значительную продолжительность времени для анализа, наведенную радиоактивность после облучения - необходимость защиты от излучений.

### Список литературы к главе 13

1. Маслов И.А., Лукницкий В.А. Справочник по нейтронно-активационному анализу. Л.: Наука, 1971. 312 с.
2. Немец О.Ф., Гофман Ю.В. Справочник по ядерной физике. Киев,: Наукова думка, 1975. с. 390 – 393.
3. Сайт [www.phys.rsu.ru](http://www.phys.rsu.ru)

## 14 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ (РСФА) в геологии используется для определения концентраций элементов в образцах горных пород. Количество одновременно измеряемых элементов в рентгеноспектральном флуоресцентном анализе (около 10 - 15 элементов) несколько меньше, чем в нейтронно-активационном анализе. Пределы обнаружения элементов для данного вида анализа сходны с таковыми для НАА и составляют  $\sim 10^{-4}$  -  $10^{-5}\%$  [1]. Диапазон определяемых элементов и границы их обнаружения в РФА зависят от используемой аппаратуры. В общем случае, в область определяемых входят элементы от бора до урана включительно. Граница обнаружения зависит от атомного номера элемента, например, для фосфора граница обнаружения составляет 0,01%, для элементов начала ванадиевого периода оценивается в 0,0002% [4]. С помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра можно определять как очень низкие концентрации, так и очень большие вплоть до 100 % без разбавления пробы.

Метод основан на зависимости интенсивности рентгеновской флуоресценции от концентрации элемента в образце.

Облучение фотонами высокой энергии атомов образца вызывает испускание электронов, которые покидают атом. Как следствие, в одной или более электронных орбитах образуются «дырки» - вакансии, благодаря чему атомы переходят в возбужденное состояние, т.е. становятся нестабильными. Через миллионные доли секунды атомы возвращаются к стабильному состоянию, когда вакансии заполняются электронами из внешних орбит. Такой переход сопровождается испусканием энергии в виде вторичного фотона - этот эффект и называется «флуоресценция». Энергия вторичного фотона находится в диапазоне энергий рентгеновского излучения, которое располагается в спектре электромагнитных колебаний между ультрафиолетом и гамма-излучением.

Различные электронные орбиты обозначаются К, L, M и т.д., где К - орбита, ближайшая к ядру. Каждой орбите электрона в атоме каждого элемента соответствует собственный энергетический уровень. Энергия испускаемого вторичного фотона определяется разницей между энергией начальной и конечной орбит, между которыми произошел переход электрона (Рис. 14.1).

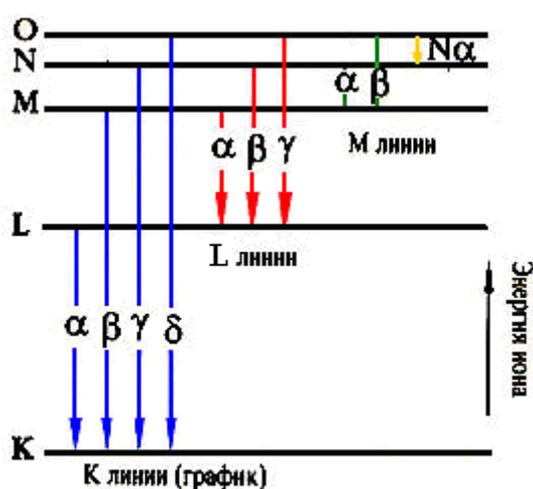


Рис. 14.1 Характеристические линии рентгеновского спектра

Длина волны флуоресценции является индивидуальной характеристикой каждого элемента и называется характеристической флуоресценцией. В то же время интенсивность (число фотонов, поступающих за единицу времени) пропорциональна концентрации (количеству атомов) соответствующего элемента. Это дает возможность элементного анализа вещества - определения количества атомов каждого элемента, входящего в состав образца. [3]

Источником возбуждающего (первичного) излучения высокой энергии является рентгеновская трубка, питаемая генератором высокого напряжения. Механизм

возникновения первичного излучения в трубке похож на механизм флуоресценции, за исключением того, что возбуждение материала анода трубки происходит при его бомбардировке электронами высоких энергий, а не рентгеновским излучением, как при флуоресценции. Спектральный состав излучения трубки зависит от выбора материала анода. Для большинства областей применения оптимальным является родиевый анод, хотя другие материалы, например молибден, хром или золото, могут быть предпочтительнее в определенных случаях.

При проведении анализа все элементы, присутствующие в образце, одновременно излучают фотоны характеристической флуоресценции. Для изучения концентрации какого-либо элемента в образце необходимо из общего потока излучения, поступающего от пробы, выделить излучение такой длины волны, которая является характеристической для исследуемого элемента. Это достигается разложением суммарного потока излучения, поступающего от пробы, по длинам волн и получением аппаратного спектра - зависимости интенсивности излучения от длины волны.

Для разложения излучения в спектр (выделения различных длин волн) используются кристалл-анализаторы с плоскостями, параллельными поверхности и имеющими известное межплоскостное расстояние  $d$ .

При падении на кристалл под углом  $\theta$  излучения с длиной волны  $\lambda$  и условии, что расстояния, проходимые фотонами при отражении от соседних кристаллических плоскостей, отличаются на целое число ( $n$ ) длин волн, возникнет дифракция. С изменением угла  $\theta$  при вращении кристалла по отношению к потоку излучения дифракция будет возникать последовательно для различных длин волн в соответствии с законом Брэгга:

$$n\lambda = 2d \sin\theta. \quad (14.1)$$

Угловое положение ( $\theta$ ) кристалла-анализатора задается прибором в зависимости от длины волны, которую нужно выделить из спектра для анализа требуемого элемента. Выделенное излучение поступает в детектор рентгеновского излучения для измерения интенсивности.

На Рис. 14.2 показан вид измеренного спектра с линией  $K\alpha$  железа. По оси абсцисс отложен угол  $2\theta$ , который является функцией от длины волны согласно (14.1). Основой качественного анализа является присутствие или отсутствие линий характеристического излучения элемента в спектре пробы. Элемент считается присутствующим в образце в том случае, когда в спектре обнаружены как минимум две линии его характеристического излучения. Обнаружение линий элементов проводит-

ся путем нахождения длин волн пиков спектра и поиска найденных значений в базе данных рентгеновских линий.

Математическая обработка спектра позволяет проводить количественный и качественный анализ.

Для проведения высоконадежного количественного анализа образец должен быть однородным и представительным, иметь массу и размер не менее требуемого методикой анализа. Металлы шлифуются, порошки измельчаются до частиц заданного размера и прессуются в таблетки. Горные породы сплавляются до стеклообразного состояния (это надежно избавляет от погрешностей, связанных с неоднородностью образца). Жидкости и сыпучие вещества помещаются в специальные чашки. Для проведения качественного и полуколичественного анализа требования подготовки образца минимальные. Часто образец может быть помещен в держатель спектрометра без какой-либо подготовки.

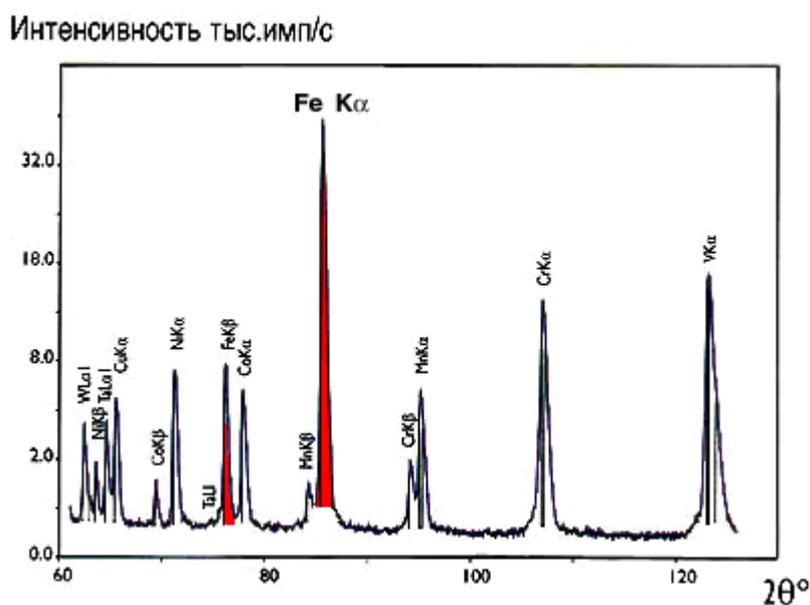


Рис. 14.2 Вид рентгенофлуоресцентного спектра

Основным требованием для проведения точного и воспроизводимого анализа является плоская, однородная по составу и чистая поверхность пробы.

При количественном анализе образцов сложного состава главной проблемой является то, что зарегистрированная спектрометром интенсивность аналитической линии не зависит линейно от концентрации определяемого элемента. Такая нелинейность – следствие взаимодействия излучения аналитической линии с атомами элементов, составляющих образец (матричные эффекты). Матричные эффекты значительно снижают точность количественного анализа, поэтому для их учета используют различные способы коррекции интенсивности аналитических линий [5].

**Достоинствами** метода РСФА являются:

- Высокая точность измерений.
- Широкий диапазон определяемых концентраций.
- Большое количество определяемых элементов.
- Возможность одновременного определения ряда элементов.
- Отсутствие ограничений по физическим свойствам и химическому составу объекта исследования.
- Высокие производительность и экспрессность: время, необходимое для выполнения анализа (в зависимости от типа прибора, количества определяемых элементов и требований к точности анализа), измеряется минутами или даже секундами.
- Отсутствие необходимости в облучении образцов нейтронами, что делает его сравнительно дешевым, доступным и безопасным.

К числу **недостатков** РФСА можно отнести:

- Меньшее количество одновременно измеряемых элементов (около 10-15 элементов), чем в НАА.
- Малая представительность пробы (измерения производятся в тонком слое, толщиной в несколько молекулярных слоев).
- Большая вероятность ошибок пробоотбора.
- Требование гомогенности образца.

#### **Список литературы к главе 14**

1. Бахтиаров А.В. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ в геологии и геохимии. Л.: Недра, 1985. 144 с.
2. Гуничева Т.Н. Недеструктивный рентгенофлуоресцентный анализ почв // Научная мысль Кавказа. 2000. № 1 (6) (приложение). С. 7-15.
3. Павлинский Г.В. Основы физики рентгеновского излучения. Иркутск, 1999. 166 с.
4. Ревенко А.Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ природных материалов. Новосибирск: Наука, 1994. 264 с.
5. Финкельштейн А.Л., Гуничева Т.Н., Афонин В.П. Учет матричных эффектов методом  $\alpha$ -коррекции при рентгенофлуоресцентном силикатном анализе // Журн. аналит. химии, 1984. Т. 39. Вып. 3. С. 397-404.

## 15 Изучение воздействия технологических жидкостей на ФЭС пород при вскрытии и обработке пласта

На тех участках пласта, которые расположены вблизи ствола скважины или в прискважинной области, наблюдается существенное изменение его физических свойств. Согласно общепринятым представлениям, ухудшение фильтрационных свойств пласта в этой области приводит к снижению продуктивности, нефтегазоотдачи, неравномерной выработке запасов и имеет определяющее значение при выделении коллекторов и оценке их параметров по данным ГИС. Достаточно отметить, что около 50% скважин в Западной Сибири и других регионах имеет коэффициент продуктивности в два раза ниже потенциального, 25% - в четыре раза и 10% - в десять раз.

Изменения коллекторов в прискважинной области определяются их исходными свойствами и воздействиями на пласты в процессе их вскрытия и опробования. Наибольшую роль играют репрессия на пласты и применение в качестве промывочной жидкости глинистых растворов, полидисперсных систем, дисперсной фазой которой являются глинистые частицы.

Участок измененных пород, образовавшихся под влиянием глинистого раствора в результате нарушения равновесия в системе «скважина - пласт» при бурении, имеет строение, близкое к концентрически-зональному. Он состоит из зон с различными физическими свойствами.

Вдоль стенок скважины расположена глинистая корка, далее зона кальматации и зона внедрения фильтрата глинистого раствора (зона проникновения), которая состоит из двух подзон: промытой и переходной. Конфигурация и размеры зон непостоянны. Практически концентрическая форма их проявляется при разбуривании пластов. После крепления скважин трубами наблюдается частичное расформирование зон: на одних участках они увеличиваются, на других – исчезают при перфорации и операциях, связанных с вызовом притока. Но полного восстановления природного равновесия не происходит, и участки необратимых изменений физических свойств пласта остаются.

Глинистая корка имеет толщину от первых миллиметров до первых сантиметров, которая возрастает в коллекторах с ростом проницаемости ( $K_{пр}$ ). При  $K_{пр} = 0,5$  мкм<sup>2</sup> она достигает максимальной величины. При разбуривании пласта корка играет положительную роль: препятствует проникновению в породы фильтрата бурового раствора и усиливает устойчивость стенок скважины. Корка обладает высоким фильтрационным сопротивлением, но периодически при бурении во время прора-

ботки ствола скважины и спускоподъемных операциях, а также при перфорации и вызове притока она разрушается (Рис. 15.1).

Зона кольматации (глубина от 1,5-4 до 20-40 мм) представляет собой прискважинную часть пласта, породы которого закупорены полностью или частично за счет проникшей дисперсной фазы промывочной жидкости. Зона кольматации формируется в течение 3 - 15 мин. В Западной Сибири эта зона иногда разделяется на две подзоны: фильтрационную и внутреннюю корки, которые создают гидравлическое сопротивление флюиду, движущемуся из неизменной части пласта к стволу скважины. Фильтрационное сопротивление зоны кольматации на 1 - 2 порядка выше, чем глинистой корки. При перфорации и испытаниях скважин она частично разрушается и усложняется. Максимальная глубина зоны отмечена при перепаде давления в системе «скважина - пласт» от 2,5 до 4 МПа в коллекторах с высокой проницаемостью. С существованием в прискважинной области зоны кольматации связано значительное снижение фильтрационно-емкостных свойств пласта и продуктивности скважин. Интенсивность изменения коллекторов при взаимодействии их с дисперсной фазой промывочной жидкости определяется как характеристикой пород, свойствами коллекторов, размером пор, их формой, особенностями поровых и пластовых флюидов, термобарическими параметрами, так и составом, фильтрационными и коркообразующими характеристиками бурового раствора.

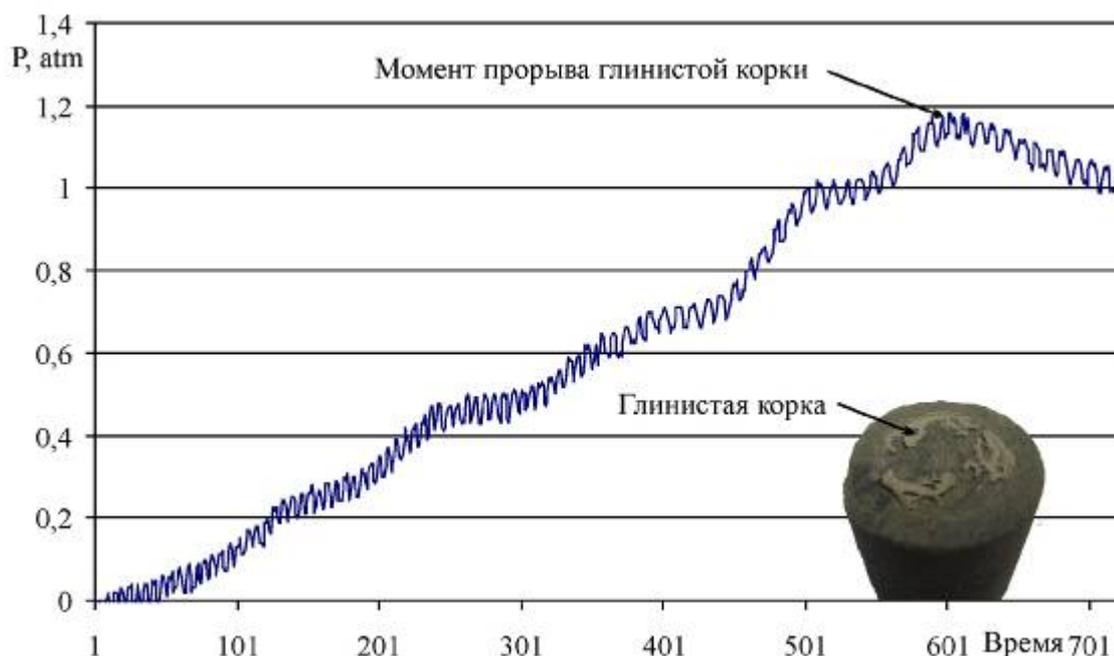


Рис. 15.1 Экспериментальное определение давления прорыва глинистой корки

На физические свойства зоны кольматации существенное влияние оказывает природа дисперсионного материала. Осевшая в породе твердая фаза не только

приводит к механическому закупориванию пор, но и вступает в физико-химическое взаимодействие с минералами стенок пор.

Зона проникновения характеризуется тем, что дисперсионная среда в виде фильтрата промывочной жидкости, проникая в пласт значительно дальше от стенки скважины, чем твердые частицы, приводит к изменению водонасыщенности, минерализации, удельного электрического сопротивления, коллекторских параметров и других физических свойств пласта. В зависимости от строения околоскважинного пространства, свойств пород-коллекторов и промывочной жидкости размеры зон проникновения изменяются от первых сантиметров до 6 м, составляя в среднем 1,7 м, и оцениваются соотношением их диаметра к диаметру скважины. При неглубоком проникновении фильтрата поперечные размеры зоны составляют 4 - 6 диаметров скважины, что соответствует 0,5 - 0,6 м, при значительном проникновении – 8 - 16 диаметров и более. Свойства этой зоны необходимо учитывать при интерпретации результатов ГИС.

При значительной глубине проникновения фильтрата промывочной жидкости учитывать его воздействие на результаты определения характеристик пласта невозможно, т.к. это приводит к ошибкам в интерпретации результатов ГИС и пропуску продуктивных пластов. Знак и величина ошибок определяются по ГИС соотношениями значений удельного электрического сопротивления фильтрата бурового раствора, пластовой связанной воды и средней водонасыщенности в зоне проникновения и в незатронутой проникновением части пласта. Но точность этой оценки низка, поскольку при проникновении фильтрата в продуктивный пласт происходит изменение его водонасыщенности, минерального состава остаточной воды и структуры порового пространства за счет гидратации глинистого материала и осаждения нерастворимых продуктов минеральных превращений, которые пока не учитываются.

Размеры зон проникновения зависят от особенностей промывочной жидкости. Диаметры зон в пластах, сходных по составу и строению, при вскрытии на глинистом растворе, составляют 1,7 м, а на безглинистом - от 0,1 - 0,5 до 4,2 м при времени воздействия от 7 до 30 суток. Время расформирования зоны проникновения и восстановления продуктивности скважин находится в пределах от полугода до 5 - 6 лет и более.

Переходные зоны в районах флюидных контактов очень резко различаются по способности проникновения в них фильтрата бурового раствора. В одних случаях инфильтрация отсутствует, в других она характеризуется десятками диаметров скважин.

Система зон околоствольного изменения коллекторских параметров фиксируется методами ГИС. Масштабы изменений свойств коллекторов в зонах кальматации и проникновения оперативно оцениваются с помощью методов зондирования с различной глубиной исследований. Зона кальматации и промытая зона характеризуются по показаниям микрометодов, глинистая корка - кавернометрией и коркометрией, зона проникновения - микрозондами БКЗ совместно с БКЗ.

Характеристики пластов в прискважинной области традиционно используются для выделения и оценки коллекторов при подсчете запасов, контроле за обводнением пластов, при определении влияния этой области на продуктивность скважин и нефтеотдачу коллекторов. Но в связи с образованием глубоких зон проникновения при проводке скважин не только снижаются коллекторские свойства пластов, но и появляются трудности в выделении коллекторов методами ГИС, особенно в пластах малой мощности, так как геофизические данные не содержат необходимой информации о неизменной части пласта.

Существует ряд методов, позволяющих оценить техногенные изменения прискважинной области, а значит, качество и эффективность вскрытия пласта. Их можно разделить на количественные и качественные. В основе количественных методов лежат данные сравнительного анализа проницаемости, гидропроводности или продуктивности удаленной и прискважинной зон пласта. Они позволяют дифференцированно оценить влияние каждой из зон прискважинной области на процесс фильтрации. Для определения параметров, входящих в расчетные формулы, используют лабораторное моделирование, промысловые данные, результаты гидродинамических, промыслово-геофизических исследований скважин.

Качественные методы применяют в том случае, когда недостаточно данных для количественной оценки техногенных изменений свойств коллекторов и продуктивности скважин. Они основаны на сравнительной оценке установленных параметров пласта.

Одним из возможных воздействий на пласт в процессе его разработки является обработка органическими и неорганическими кислотами.

Приведем пример влияния растворов соляной кислоты на крустификационный хлоритовый цемент терригенных коллекторов 15.2а и на ФЕС соответствующих коллекторов.

Основанием для эксперимента послужило то, что ранее при подготовке проб глинистой фракции песчано-алевритовых коллекторов для рентгеноструктурного анализа был установлен факт растворения значительного количества хлоритовых

минералов при обработке 3% соляной кислотой (Ушатинский, Зарипов, 1970). Содержание хлорита в необработанной HCl части одной и той же пробы оказывалось всегда значительно выше, чем в обработанной.

Так, при воздействии 5% соляной кислотой при комнатной температуре в течение 24 часов ажурные листочки хлорита на зернах как бы «увяли» и поникли, образуя отдельные бугорочки с гладкой поверхностью (Рис. 15.2 б,в), что, несомненно, привело к уменьшению удельной поверхности стенок межзерновых пор и поровых каналов и толщины пленки связанной воды, что позволяет ожидать заметного приращения проницаемости коллектора.

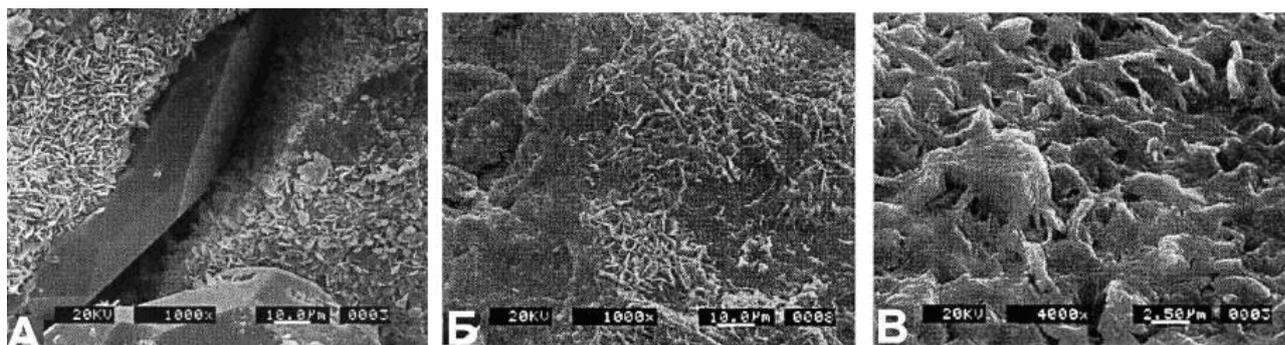


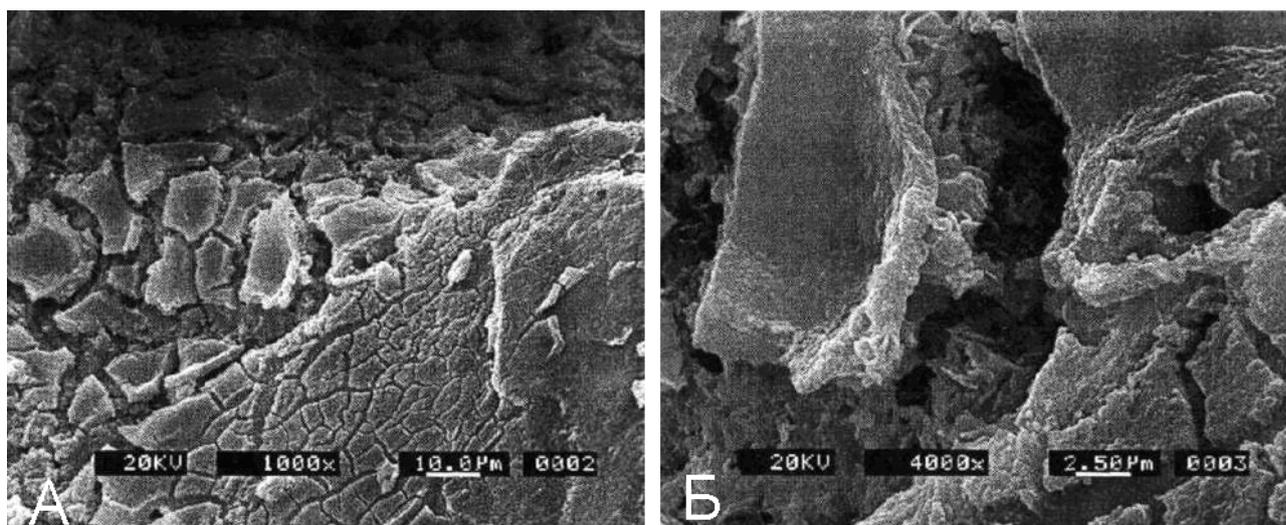
Рис. 15.2 Образец №15, пласт АВ8: А) каемка крустификационного хлорита на песчинках, видны кристаллические грани регенерированного зерна кварца, Б) и В) крустификационный хлорит после воздействия 5% раствора соляной кислоты (увеличение 1000х и 4000х)

На Рис. 15.3 представлен результат воздействия 10% соляной кислотой также в течение суток, но при близкой к пластовой температуре (80°C). В данном случае хлоритовая крустификационная каемка растворилась почти полностью, образовав на поверхности зерна гелеподобную трещиноватую массу.

По результатам анализов при обработке тех же образцов пород после воздействия 5% соляной кислотой в течение часа полученное приращение проницаемости песчаной породы составило 57,4 мД (до опыта - 328,9 мД, 386,3 мД - после).

Эти данные позволяют с большей долей вероятности прогнозировать возможный эффект вторичного увеличения фильтрационных способностей пород-коллекторов, содержащих новообразованный крустификационный хлорит, путем солянокислотной обработки призабойной зоны и повысить нефтеотдачу пластов в добывающих скважинах или их приемистость – в нагнетательных. Наиболее оптимальным вариантом при этом является случай неполного растворения чешуек хлорита, то есть тот, который получен при первом опыте (Рис. 15.2), приведший только к сглаживанию чешуйчатых наростов хлорита. При полном растворении хлоритового цемента до образования гелеподобного осадка и последующем его затвердевании с

образованием трещин синерезиса не исключена возможность отрыва продуктов распада хлорита от зерен и загрязнения ими поровых каналов до полной закупорки.



*Рис. 15.3 Крустификационный хлорит после обработки 10% соляной кислотой при  $t = 80^{\circ}\text{C}$  в течение суток. Увеличение А) 1000х и Б) 4000х*

Таким образом, для изучения процессов, идущих при разработке скважины, необходимо провести оценку изменения емкостно-фильтрационных свойств породы при переходе от нормальных к пластовым условиям, а также при изменении режима пласта (падение давления при разработке), провести работы по изучению воздействия буровых растворов, вод различной солености и различных солей, поверхностно-активных веществ на образцы пород для оценки воздействия на призабойную зону. Данная оценка позволит установить тип и соленость вод, оказывающих наименьшее влияние на структуру порового пространства коллектора, определить буровой раствор, минимизирующий образование глинистой корки и понижающий проницаемость коллектора.

Рассмотрим методики изучения изменения ФЕС при обработке соляной кислотой и воздействия на пласт техногенных жидкостей.

### **15.1 Обработка образцов разбавленной соляной кислотой**

Обработка происходит в несколько этапов. Основной целью воздействия на горную породу кислотой является определение изменения объема порового пространства и, как следствие, изменение открытой пористости образца.

На образце сначала определяется открытая пористость согласно ГОСТ 26450.1-85 (гл. 1). При определении пористости методом жидкостенасыщения используются образцы цилиндрической формы. В качестве насыщающей жидкости используется модель пластовой воды.

Далее образец отмывается от насыщающей жидкости и высушивается до постоянного веса в сушильном шкафу, после чего обрабатывается 8% соляной кислотой. Насыщение кислотой происходит под вакуумом в течение 2 часов аналогично насыщению моделью пластовой воды. После чего образцы опять промываются, высушиваются и насыщаются моделью пластовой воды для измерения конечной пористости. После просушки для них вновь определяется пористость.

### **15.2 Изменение фильтрационных свойств пород при обработке ПАВ и $\text{CaCl}_2$**

Образец керна диаметром 30 мм помещается в кернодержатель автоматизированной установки моделирования пластовых условий ПУМА-650 и герметизируется под ограничивающим давлением 300 атм. Создается поровое давление в 50 атм. Температура поднимается до уровня 80°C при постоянном ограничивающем давлении. Методика работы на установке ПУМА-650 изложена в главе 3.4.2.

Начинается фильтрация через образец модели пластовой воды с концентрацией NaCl 20 г/л в направлении добычи и продолжается с заданной постоянной скоростью до тех пор, пока объем просочившегося флюида не составит 500 мл или не стабилизируется перепад давления на образце керна. Затем через образец начинается фильтрация керосина в направлении добычи до тех пор, пока объем просочившегося флюида не составит 500 мл или не стабилизируется перепад давления на образце керна.

Вышеупомянутые процедуры фильтрации повторяются еще раз: начинается фильтрация модели пластовой воды с концентрацией NaCl 20 г/л через образец до тех пор, пока объем просочившегося флюида не составит 500 мл или не стабилизируется перепад давления на образце керна. Затем еще раз через образец повторяется фильтрация керосина с постоянной скоростью в направлении добычи до тех пор, пока не стабилизируется перепад давления, таким образом, получается постоянное значение проницаемости. В этот момент измеряется начальная проницаемость. Образец керна подвергается воздействию ПАВ или  $\text{CaCl}_2$  в течение 2 часов при перепаде давления 20 атмосфер в направлении закачки.

Затем начинается заключительный этап фильтрации керосина в направлении ведения добычи до тех пор, пока не достигнута та же скорость, при которой была измерена первоначальная проницаемость. Прокачка продолжается до тех пор, пока не стабилизируется перепад давления, а, следовательно, и проницаемость. В этот момент фиксируется конечная проницаемость. По соотношению начальной и конеч-

ной проницаемостей можно судить об изменении проницаемости после воздействия на образец ПАВ или  $\text{CaCl}_2$ .

### 15.3 Изучение влияния различных типов буровых растворов на фильтрационные свойства терригенных пород в пластовых условиях

Перед проведением измерений образцы экстрагируются, высушиваются, определяется коэффициент открытой пористости и абсолютной газопроницаемости, а также другие петрофизические параметры.

Эксперимент состоит из трех основных частей. Первая часть представляет собой «симуляцию» водо-углеводородной системы в образце. Ее суть заключается в стадийной фильтрации модели пластовой воды и неполярного «нефтезаменителя» (керосин). Вторая часть заключается в прокачке изучаемого реагента через образец. В ходе третьей части происходит повторная фильтрация керосином и оценка изменения фильтрационных свойств образца.

В ходе экспериментов определенно типичное «поведение» кривых проницаемости (подразумевается первая часть вышеописанного эксперимента) в зависимости от жидкости фильтрации. В целом ход кривой можно описать так (Рис. 15.4):



Рис. 15.4 «Типичный» ход кривых проницаемости в первой части эксперимента

- Этап 1. Формируется кривая проницаемости по воде. Значение проницаемости по воде постепенно, но незначительно снижается, что связано с составом пластовой воды, содержащей различные катионы, которые вступают в реакцию обмена с катионами глин.

- Этап 2. Первоначально при фильтрации керосином отмечается резкое понижение проницаемости, что связано с вытеснением воды углеводородной жидкостью.

Затем проницаемость возрастает, но не превышает значение проницаемости по воде, что объясняется тем, что частички воды уже заняли некоторое пространство в капиллярах и на их стенках (за счет физико-химической связи) и не могут быть замещены неполярным растворителем.

- Этап 3. Повторная фильтрация воды приводит к значительному (примерно в 2 - 2,5 раза) понижению проницаемости. Данный эффект связан с тем, что более мелкие каналы и поры, не занятые водой на этапе 1, теперь заполнены керосином. Кроме того, на поверхности более крупных поровых каналов, обеспечивающих фильтрацию, возможно образование заряженной водно-керосиновой эмульсии, которая занимает определенную часть площади фильтрации, а также значительно затрудняет скольжение частиц воды по поверхности пор (повышение силы трения за счет физико-химических сил на контакте сред).

- Этап 4. Характеризуется нормализацией проницаемости на уровне этапа 2 за счет частичного разрушения вышеописанных пленок, а также того, что на неполярный керосин не воздействует заряженный слой (эмульсия или ДЭС) на поверхности пор.

В целом важно отметить, что подбор растворов для дополнительной обработки пласта должен иметь целенаправленный характер и быть не только ориентированным на определенный пласт или месторождение, но и соответствовать физико-химическим свойствам пород в каждой скважине с учетом фациальных изменений литологии пласта по латерали.

#### **Список литературы к главе 15**

Ушатинский И.Н., Зарипов О.Г. Постседиментационные изменения минералогии и фильтрационных свойств коллекторов нефти и газа Западной Сибири// Труды Зап.-СибНИГНИ. Вып. 35. Тюмень, 1970.

#### ***Приложение Перечень лабораторных работ, проводимых в рамках курса «Петрофизические методы исследования кернового материала»***

1. Макроописание колонки керна
2. Содержание естественных радиоактивных элементов (ЕРЭ) в недиспергированном (целом) образце керна
3. Профильные измерения концентраций ЕРЭ
4. Описание шлифов
5. Гранулометрия

6. Абсолютная проницаемость по газу. Поправка Клинкенберга
7. Минералогическая плотность (метод Мельчура)
8. Открытая пористость и объемная плотность жидкостенасыщением (моделью пластовой воды) методом Преображенского
9. Определение сопротивления 100% водонасыщенной породы
10. Определение интервального времени продольной волны
11. Определение водоудерживающей способности горных пород, основанное на вытеснении воды из их порового пространства методом центрифугирования
12. Определение сопротивления породы, насыщенной остаточной водой
13. Измерение содержания воды при различных давлениях (метод капилляриметрии)
14. Измерение фазовых проницаемостей в лабораторных условиях при совместной стационарной фильтрации
15. Определение коэффициента вытеснения нефти водой
16. Обработка результатов измерений:
  - a. Расчет минералогической пористости
  - b. Расчет интервального времени
  - c. Построение связей КЕРН-ГИС:  $K_p = f(\alpha_{ПС})$
  - d. Построение связей между параметром пористости и пористостью
  - e. Построение связей между параметром насыщенности и остаточной водонасыщенности

Учебное издание

Иванов Михаил Константинович  
Калмыков Георгий Александрович  
Белохин Василий Сергеевич  
Корост Дмитрий Александрович  
Хамидуллин Руслан Айратович

## **Петрофизические методы исследования кернового материала**

Книга 2

Лабораторные методы петрофизических исследований кернового материала

Подписано к печати 03.07.2008

Формат 60x90 1/16      Гарнитура Arial

Усл. печ. л. 12.0

Тираж 200 экз.

Ордена «Знак Почета» издательство Московского университета,  
125009, Москва, Б.Никитская, 5/7

Отпечатано

Бесплатно