

# **ПРИЛОЖЕНИЕ 6 К ПОЛОЖЕНИЮ КОМПАНИИ «ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРНА»**

---

**ПЕТРОФИЗИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КЕРНА**

**№ П1-01.03 Р-0136**

**ВЕРСИЯ 1.00**

**МОСКВА  
2017**

# СОДЕРЖАНИЕ

|   |    |
|---|----|
| 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ НАСЫЩЕНИЯ И ГАЗОВОЛЮМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.....  | 3  |
| 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД .....  | 12 |
| 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ В РАЗНЫХ НАПРАВЛЕНИЯХ НА ОРИЕНТИРОВАННОМ КЕРНЕ.....  | 16 |
| 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОНАСЫЩЕНИЯ И КОЭФФИЦИЕНТА НЕФТЕНАСЫЩЕНИЯ ПРЯМЫМ СПОСОБОМ.....  | 19 |
| 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОЙСТВ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ ЯМР .....   | 24 |
| 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОУДЕРЖИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ.....   | 38 |
| 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОНАСЫЩЕННОСТИ ПОРОВОГО ПРОСТРАНСТВА ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД В ЗАВИСИМОСТИ ОТ КАПИЛЛЯРНОГО ДАВЛЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ГРУППОВОГО КАПИЛЛЯРИМЕТРА..... | 41 |
| 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОНАСЫЩЕННОСТИ ПОРОВОГО ПРОСТРАНСТВА ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД В ЗАВИСИМОСТИ ОТ КАПИЛЛЯРНОГО ДАВЛЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УЛЬТРАЦЕНТРИФУГИ.....          | 44 |
| 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ СМАЧИВАЕМОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД-КОЛЛЕКТОРОВ .....  | 47 |
| 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД.....   | 59 |
| 11. ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОР ГОРНЫХ ПОРОД-КОЛЛЕКТОРОВ.....  | 63 |
| 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ (СКОРОСТИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ УПРУГИХ ВОЛН) В ОБРАЗЦАХ ГОРНЫХ ПОРОД .....  | 68 |
| 13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОНИЦАЕМОСТИ ПО ВОДЕ .....   | 73 |

# 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ НАСЫЩЕНИЯ И ГАЗОВОЛЮМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Настоящее Приложение распространяется на углеводородсодержащие ГП, пустотность которых обусловлена наличием пор и поровых каналов в естественно консолидированных породообразующих минералах, и устанавливает методы количественного определения открытой и общей пористости в лабораторных условиях.

Методика определения пористости образцов ГП методом насыщения не распространяет свое действие на ГП, пустотность которых помимо пор обусловлена наличием каверн и трещин.

Сущность метода определения пористости образцов ГП методом насыщения заключается в определении объема пустотного пространства и внешнего объема образца по результатам взвешивания сухого и насыщенного образца в воздухе и в насыщающей жидкости. Объем пустотного пространства образца определяется по разности масс сухого и насыщенного жидкостью образца. Внешний объем образца определяется по разности масс насыщенного жидкостью образца в воздухе и в насыщающей жидкости. Открытая пористость вычисляется путем деления первого объема на второй.

При подготовке образцов к выполнению измерений необходимо обеспечить полноту насыщения образцов насыщающей жидкостью.

## 1. Общие требования

Определение пористости на образцах углеводородсодержащих ГП обеспечивает накопление информации, необходимой для оценки или ПЗ нефти и газа, проектирования процесса разработки залежи, планирования различных мероприятий по обработке призабойной зоны пласта.

Объектом испытания является образец ГП, приготовленный из керна, отобранного из продуктивного пласта (в том числе водоносной его части), любой (лучше правильной) геометрической формы

### 1.1. Аппаратура, реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- Весы аналитические электронные первого класса точности типа A&D HR-200 или подобные с диапазоном  $0\div 200$  г и с приспособлением для гидростатического взвешивания;
- Установка для насыщения образцов жидкостью способом раздельного вакуумирования;
- Сатуратор для донасыщения образцов жидкостью под давлением «MS – 535» или подобный;
- Вакуумметр деформационный ВПЗ-УУ2 или подобный;

- Эксикатор типа 2-250 мм по ГОСТ 23932, для хранения подготовленных к измерению образцов;
- Вакуумный насос по ГОСТ 14707;
- Шкаф сушильный типа SNOL 180/350-1, или подобный с температурой нагрева не менее 150° С;
- Шкаф сушильный VWR или подобный с температурой нагрева не менее 80° С;
- Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Натрий хлористый чда по ГОСТ 4233;
- Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956;
- Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

## 1.2. Подготовка образца и насыщающей жидкости к испытанию при определении открытой пористости

Образцы для определения пористости выкалывают, высверливают или вырезают из серединной части керна (если позволяет его диаметр) с исключением участков, на которых визуально фиксируются трещины или каверны. Затем производят литологическое описание ГП и регистрацию образцов с присвоением геологического и лабораторного номера.

Образцы правильной геометрической формы должны иметь высоту не менее 25 мм.

Образцы произвольной формы со сглаженными ребрами должны иметь массу от 20 до 100 г. Допускается использование тонких пластинок в исключительных случаях.

Образцы правильной геометрической формы, подготовленные к испытанию, маркируют черной тушью или специальной краской с указанием ориентации относительно напластования условным значком (|| - параллельно и  $\perp$  - перпендикулярно напластованию).

Боковую поверхность слабосцементированных образцов укрепляют с помощью различных материалов (термоусадочная пленка, фольга), допускается покрытие тонким слоем клея.

При подготовке к выполнению измерений открытой пористости проводят следующие работы:

При определении коэффициента открытой пористости методом насыщения по ГОСТ 26450.0 используют образцы ГП правильной (цилиндрической, кубической) и произвольной формы. Масса образца от 20 до 800 г.

При определении пористости литологически однородных ГП используют образцы массой от 20 до 60 г. Допускается использование образцов с массой менее 20 г.

Для ГП, характеризующихся наличием элементов, отличающихся по литологической характеристике от основной массы ГП (галечники и др.); ярко выраженными текстурными особенностями (плитчатость, переслаивание); наличием пустот размером более 2 мм

(каверны, трещины) используют образцы с сохраненным при выбуривании на скважине диаметром керна массой не более 800 г.

Отбор и изготовление образцов ГП правильной геометрической формы осуществляют с помощью камнерезных, вертикально- сверлильных и шлифовальных станков, обеспечивая параллельность торцов образцов. Для измерений используются образцы цилиндрической формы диаметром 25÷45 мм, высотой 20÷60 мм и образцы кубической формы с длиной ребра 20÷45 мм. Оптимальные размеры образцов: высота 30 мм, диаметр 30 мм, длина ребра 30÷40 мм.

Образцы неправильной формы не должны иметь острых углов и выступов – их сглаживают путем пришлифовки.

Экстракция, сушка и насыщение образцов моделью пластовой воды производятся по ГОСТ 26450.0 и ГОСТ 26450.1.

Не допускается применение экстрагентов, реагирующих с породообразующими минералами и цементирующим веществом.

### 1.3. Проведение испытания

Для определения открытой пористости образцы высушивают в сушильном шкафу при температуре  $105 \pm 2$  °С, контролируя изменение массы образца с точностью  $\pm 0.001$  г. При достижении образцом постоянной массы, сушку прекращают. Глинистые образцы следует сушить при температуре не более  $70 \pm 2$  °С. Более подробно режимы сушки прописаны в Приложении 5 настоящего Положения.

Перед взвешиванием образцы охлаждают в эксикаторе над прокаленным силикагелем.

Взвешивание образцов проводят перед насыщением моделью рабочей жидкости. Точность взвешивания должна быть не менее  $\pm 0.001$  г. Результаты определения массы сухого образца заносят в лабораторный Журнал.

Насыщение образцов рабочей жидкостью проводят следующим образом.

Сухие взвешенные образцы устанавливают в кристаллизатор и помещают в емкость установки для насыщения образцов под вакуумом. В сосуд заливают рабочую жидкость и проводят раздельное вакуумирование образцов и насыщающей жидкости.

Жидкость вакуумируют до прекращения интенсивного выделения пузырьков газа. Время вакуумирования сухих образцов следует выбирать в соответствии с рекомендуемым режимом (Таблица 1).

**Таблица 1**  
**Рекомендуемые режимы насыщения образцов ГП**

| Масса образца, | Проницаемость, $\text{мкм}^2$ | Время, ч.      |             |              |
|----------------|-------------------------------|----------------|-------------|--------------|
|                |                               | Вакуумирования | Капиллярной | До насыщения |

| г.               |                     | образцов | пропиткой<br>под<br>вакуумом | При<br>атмосферном<br>давлении | Под<br>давлением |
|------------------|---------------------|----------|------------------------------|--------------------------------|------------------|
| От 20 до<br>60   | $10^{-2}$           | 2        | 0.2                          | 10                             | 0.5              |
|                  | $10^{-3} - 10^{-2}$ | 3        | 0.5                          | 24                             | 1.0              |
|                  | $10^{-4} - 10^{-3}$ | 4        | 0.5                          | 48                             | 1.5              |
|                  | $10^{-4}$           | 6        | 1.0                          | 72                             | 2.0              |
| От 300<br>до 800 | $10^{-2}$           | 3        | 0.5                          | 24 – 48                        | 1.0              |
|                  | $10^{-3} - 10^{-2}$ | 4        | 1.0                          | 48 – 72                        | 2.0              |
|                  | $10^{-4} - 10^{-3}$ | 5        | 2.0                          | 72 – 96                        | 3.0              |
|                  | $10^{-4}$           | 8        | 2.0                          | 96 -192                        | 4.0              |

По истечении времени вакуумирования образцов подают небольшое количество жидкости таким образом, чтобы слой жидкости покрыл дно кристаллизатора на высоту 1 см для создания условий капиллярной пропитки. Поднимают ступенями уровень жидкости в кристаллизаторе по мере повышения уровня капиллярной пропитки образцов. По окончании капиллярной пропитки поднимают уровень жидкости в кристаллизаторе на высоту не менее 1 см над поверхностью образцов и вакуумируют до прекращения интенсивного выделения пузырьков газа. Выключают вакуумный насос, медленно открывают кран для выравнивания давления и извлекают кристаллизатор с образцами.

Помешают образцы в сатуратор, и «донасыщают» их рабочей жидкостью, создавая избыточное давление в камере сатуратора 5 -15 МПа. Время донасыщения образцов 2-4 часа.

При донасыщении образцов и при всех последующих операциях образцы выдерживают под уровнем жидкости, чтобы не было контакта с атмосферой.

После насыщения и донасыщения образцы взвешивают гидростатически, определяя массу образца, погруженного в жидкость. Взвешивание насыщенных образцов проводят с точностью до  $\pm 0.001$  г. Для этого используется жидкость, которая была отвакуумирована при насыщении образцов под вакуумом. Образец помещают на подвес и полностью погружают в жидкость. Образец не должен касаться стенок и дна стакана, а уровень жидкости в стакане в момент достижения равновесия должен быть приведен к одной и той же отметке для всех образцов партии.

Масса подвеса должна быть вычтена из показаний электронных весов при их тарировке.

Образец помещают обратно в кристаллизатор под уровень жидкости. По окончании гидростатического взвешивания партии образцов, проводят взвешивание этих же образцов в воздухе.

Образец вынимают из кристаллизатора, удаляют избыток жидкости с его поверхности фильтровальной бумагой смоченной в этой же жидкости. Определяют массу насыщенного образца.

Коэффициент открытой пористости ( $K_p$ ) в процентах рассчитывают по формуле:

$$Kn = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \cdot 100 \% \quad (1)$$

где:

$M_1$  - масса сухого образца ГП;

$M_2$  - масса насыщенного жидкостью образца ГП в насыщающей жидкости;

$M_3$  - масса насыщенного жидкостью образца ГП в воздухе.

#### 1.4. Проведение испытания при определении объемной плотности ГП

Объемную плотность ГП, не содержащих изолированных пустотных каналов, получают из результатов испытания образцов при определении открытой пористости по формуле:

$$\gamma_0 = \frac{M_1 * \gamma_{ж}}{M_3 - M_2} \quad (2)$$

где:

$\gamma_0$  - объемная плотность образца ГП, г/см<sup>3</sup>;

$\gamma_{ж}$  - плотность рабочей жидкости, г/см<sup>3</sup>.

Образец, содержащий открытые и изолированные пустотные каналы, подготовленный к лабораторному исследованию керна, на тонкой проволочке или капроновой нити погружают на 1-2 с в расплавленный парафин при температуре на 5-10°С выше температуры плавления. Вздутия, образовавшиеся на поверхности образца за счет сохранившихся пузырьков воздуха, прокалывают нагретой иглой и сглаживают.

Запарафинированный образец взвешивают сначала в воздухе, а затем в воде, следя, чтобы он не касался стенок и дна емкости. Для проверки герметичности парафиновой пленки взвешивание в воде повторяют. При изменении массы более чем на 0,05 г, результаты испытания считают недействительными.

Объемную плотность образца ГП рассчитывают по формуле:

$$\gamma_0 = \frac{P_1 * \gamma_B * \gamma_{ПАР}}{(P_2 - P_3) * \gamma_{ПАР} - (P_2 - P_1) * \gamma_B} \quad (3)$$

где:

$P_1$  - масса сухого образца, г;

$P_2$  - масса сухого образца с парафиновой пленкой, г;

$P_3$  - масса сухого образца с парафиновой пленкой в воде, г;

$\gamma_B$  - плотность воды, г/см<sup>3</sup>;

$\gamma_{ПАР}$  - плотность парафина, г/см<sup>3</sup>.

Плотность парафина и температуру плавления определяют на пробах каждой партии, поступившей в испытательную лабораторию.

Результаты испытания при определении объемной плотности ГП записывают в таблицу.

#### 1.5. Проведение испытания при определении минералогической плотности ГП

Кажущую минералогическую плотность ( $\delta_{м.п.}$ ) не содержащих изолированных пустотных каналов, получают из результатов испытания образцов при определении открытой пористости по формуле:

$$\delta_{м.п.} = \frac{M_1 \cdot \delta_{жс}}{M_1 - M_2}, \quad (4)$$

где:

$\delta_{жс}$  - плотность рабочей жидкости.

На образцах, содержащих открытые и изолированные пустотные каналы минералогическую плотность ГП определяют путем измерения массы и объема её порообразующих минералов (на измельченном до первичных слагающих ГП фрагментах) пикнометрическим методом, с удалением воздуха вакуумированием. Для ГП, содержащих водорастворимые соли и набухающие в воде глины, а также карбонаты, при испытании в качестве рабочей жидкости используют керосин. В остальных случаях для исследования используют дистиллированную воду, а процесс удаления воздуха осуществляют вакуумированием.

1) Вымытый пикнометр (емкостью не более 50 см<sup>3</sup>) сушат при температуре +105°C и взвешивают.

2) Дистиллированную воду для заполнения пикнометра вакуумируют в течение 60 мин. и хранят в закрытой емкости.

3) Керосин фильтруют 2 раза через силикагель до заполнения пикнометра и определяют его плотность.

4) Подготовленную измельченную ГП (в количестве до 30 г) засыпают в сухой пикнометр и доводят навеску до постоянной массы сушкой в вакуумном шкафу: образцы сушат до постоянной массы (с точностью 0.001 г) в сушильном шкафу при температуре в пределах от +102°C до +105°C. Образцы сильно глинистых ГП, содержащих более 30 % глинистых минералов, сушат при температуре, не превышающей +70°C.

5) Заливают пикнометр с измельченной ГП, подготовленной к испытанию рабочей жидкостью, на три четверти объема пикнометра и удаляют воздух вакуумированием.

6) Доливают рабочую жидкость в пикнометр с измельченной ГП по метки и определяют общую массу (пикнометра, измельченной ГП и рабочей жидкости).

7) Заполняют пикнометр рабочей жидкостью и определяют массу с рабочей жидкостью (без измельченной ГП).

8) Минералогическую плотность рассчитывают по формуле:

$$\gamma_M = \frac{P_1 - P_0}{(P_3 - P_0) - (P_2 - P_1)} * \gamma_{жс} \quad (5)$$

где:

$P_0$ - масса сухого пикнометра, г;

$P_1$ - масса пикнометра с измельченной ГП, г;

$P_2$ - масса пикнометра с измельченной ГП и рабочей жидкостью, г;

$P_3$ - масса пикнометра с рабочей жидкостью, г;

$\gamma_M$  - минералогическая плотность ГП, г/см<sup>3</sup>.

9) Все результаты испытаний и расчетов при определении минералогической плотности ГП записывают в таблицу.

## 1.6. Подготовка к испытанию образца при определении общей пористости

Общую пористость сцементированных ГП, содержащих открытые и изолированные пустотные каналы, рассчитывают по результатам измерения объемной и минералогической плотностей ГП.



Подготовку образцов ГП, содержащих открытые и изолированные пустотные каналы, для определения общей пористости производят в соответствии с подразделом 1.2 настоящего Приложения. Подготовка образца и насыщающей жидкости к испытанию при определении открытой пористости настоящего раздела, изменив в верхний предел массы образца до 30 г.

### 1.7. Расчет общей пористости ГП

Общую пористость ГП рассчитывают по формуле:

$$m_{\Pi} = \left(1 - \frac{\gamma_0}{\gamma_M}\right) * 100 \quad (6)$$

где:

$m_{\Pi}$  - общая пористость ГП, % .

### 1.8. Требования к точности измерений

Приписанные характеристики точности измерений открытой пористости образцов ГП –СКО повторяемости,  $\sigma_{\Gamma}$ , %, СКО внутрилабораторной прецизионности,  $\sigma_{R\bar{X}}$ , %, границы погрешности измерений,  $\delta_x$ , %, в относительной форме при доверительной вероятности  $P = 0.95$  приведены в Таблице 2.

**Таблица 2**  
**Приписанные характеристики погрешности**

| Наименование измеряемого параметра | Диапазон измерений    | $\pm \delta_x$ , % | $\sigma_{\Gamma}$ , % | $\sigma_{R\bar{X}}$ |
|------------------------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|---------------------|
| Открытая пористость, %             | От 0.1 до 5.0 вкл.    | 10                 | 2.6                   | 5.1                 |
|                                    | От 5.0 до 15.0 вкл.   | 5                  | 1.3                   | 2.6                 |
|                                    | Св. 15.0 до 40.0 вкл. | 2                  | 0.5                   | 1.0                 |

## 2. Определение пористости образцов ГП газовольюметрическим методом

Подготовка образцов к определению пористости газовольюметрическим методом полностью аналогична подготовке к определению пористости методом насыщения.

Определение пористости газовольюметрическим методом производится на отечественном и импортном оборудовании:

- AP-608 Компании «CORETEST SYSTEMS INC»;
- UltraPoroPerm-500 Компании «CORE LABORATORIES INSTRUMENTS»;
- UltraPore<sup>TM</sup>-300 Компании «CORE LABORATORIES INSTRUMENTS»;
- DHP-200 Компании «WEATHERFORD LABORATORIES»;
- ПИК-ПП Компании «Геологика»;
- другом аналогичном оборудовании.

Выполнение измерений производится согласно руководству пользователя установками. Расчет производится в ПО, представленном изготовителями оборудования. Для выполнения измерений на каждое оборудование разработано МИ.

## 2.1. Метод измерения

При использовании гелиевых порозиметров UltraPore<sup>TM</sup>300 и DHP-200 или аналогичных образец помещается в герметичную металлическую калиброванную ёмкость. При заполнении ёмкости и образца гелием измеряется объём твёрдой фазы образца ( $V_{\text{ТВ}}$ ).

Численное значение открытой пористости определяется как отношение объема связанных пор в образце ( $V_{\text{П}}$ ) к общему объему ГП ( $V_{\text{обр}}$ ):

$$K_{\text{П}} = \frac{V_{\text{П}}}{V_{\text{обр}}} \quad (7)$$

Общий объем рассчитывается по габаритам размеров образца керна при условии, что это геометрически правильный цилиндр.

Объем пор находится как разность общего объема образца и объема твёрдой фазы:

$$V_{\text{П}} = V_{\text{обр}} - V_{\text{ТВ}} \quad (8)$$

В основе определения лежит закон Бойля-Мариотта для измерения объема твердой фазы образца по расширению заданной массы гелия в калиброванной ячейке.

Закон Бойля-Мариотта:

$$(P_1 \cdot V_1) = (P_2 \cdot V_2) \quad (9)$$

где:

$P_1$  – начальное давление, МПа;

$V_1$  – начальный объем, см<sup>3</sup>;

$P_2$  – конечное давление МПа;

$V_2$  – конечный объем см<sup>3</sup>;

Уравнение, применяемое для расчета объема твердой фазы, выводится из основного закона Бойля-Мариотта следующим образом:

$$(P_1 \cdot V_{\text{К}}) = P_2 \cdot (V_{\text{К}} + V_{\text{ТВ}}) \quad (10)$$

$$V_{\text{ТВ}} = \frac{P_1 - P_2}{P_2} \cdot V_{\text{К}} \quad (11)$$

$$V_{\text{К}} = V_{\text{К1}} + V_{\text{К2}} \quad (12)$$

где:

$V_{\text{К1}}, V_{\text{К2}}$  – емкости калиброванного объема, входящие в измерительную схему прибора.

С помощью калибровки относительно известных эталонов объема можно определить зависимость между объемом зерна и соотношением  $\frac{P_1 - P_2}{P_2}$ .

При измерении открытой пористости в приборах UltraPoroPerm-500 и AP-608 или аналогичных образец в резиновой манжете помещается в гидростатический кернодержатель и подвергается всестороннему гидрообжиму, такому же, как при определении газопроницаемости.

Пористость измеряется волюмометрическим методом путем заполнения образца газом (гелием) из калиброванного объема.

Установки UltraPoroPerm-500 и AP-608 и их аналоги используют закон Бойля-Мариотта (10) для измерения объема пор образца по расширению заданной массы гелия в калиброванной ячейке.

Уравнение, применяемое для расчета объема пор, выводится из закона Бойля-Мариотта следующим образом:

$$P_1 \cdot V_k = P_2 \cdot (V_{\text{паразитн}} + V_{\text{п}}) \quad (13)$$

$$V_{\text{п}} = \frac{P_1}{P_2} \cdot V_k - V_{\text{паразитн}} \quad (14)$$

где:

$V_k$  – объем калиброванной ячейки, входящей в измерительную схему прибора;

$V_{\text{паразитн}}$  – объем подводящих трубок, учитываемый в процессе калибровки прибора.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД

Определение абсолютной проницаемости продуктивных ГП обеспечивает получение данных о потенциальной фильтрационной характеристике коллекторов, необходимой для сопоставления пластов в разрезе, выделения эксплуатационных объектов, расчетов при проектировании разработки и доработки нефтяных и газовых залежей, планировании различных мероприятий по вскрытию и обработке призабойной зоны пласта.

Подготовка образцов к определению газопроницаемости полностью аналогична подготовке к определению пористости методом жидкостенасыщения.

Определение газопроницаемости производится на отечественном и импортном оборудовании:

- AP-608 Компании «CORETEST SYSTEMS INC»;
- UltraPoroPerm-500 Компании «CORE LABORATORIES INSTRUMENTS»;
- DGP-500 Компании «WEATHERFORD LABORATORIES»;
- ПИК-ПП Компании «ГЕОЛОГИКА»;
- другом аналогичном оборудовании.

Выполнение измерений производится согласно руководству пользователя установками. Расчет производится в ПО, представленном изготовителями оборудования. Для выполнения измерений на каждое оборудование разработано МИ.

### 1. Подготовка образца к испытанию

Образцы для определения проницаемости высверливают (вырезают) преимущественно из серединной части керна с исключением участков, на которых визуальным образом фиксируются трещины. Производят литологическое описание ГП и регистрацию образцов в лабораторном Журнале.

Минимальные размеры кусков керна для исследования определяют возможностью получения образца цилиндрической или призматической формы, ориентированного параллельно или перпендикулярно напластованию.

Предпочтительны образцы цилиндрической формы длиной не менее 2.5 см, с допуском не более – 0.1 см.

Маркировку образцов осуществляют черной тушью или быстросохнущей стойкой краской по очищенной поверхности. Условным значком указывают ориентацию образца относительно напластования.

Образцы, содержащие углеводороды и воду, экстрагируют спиртобензольной смесью или другим растворителем до полного удаления УВ. Конец экстракции контролируют прозрачностью растворителя через 12-16 часов его контактирования с образцом. При высокой минерализации пластовой (связанной) воды образцы ГП, не содержащие водорастворимые и набухающие минералы, промывают дистиллированной водой в

аппаратах Сокслета. Образцы ГП, содержащих водорастворимые минералы или включения твердых УВ и органики, подготавливают по специальной программе с учетом специфики состава (важно для засоленных коллекторов).

Проекстратированные образцы сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 102-105°C. Образцы ГП, содержащих более 20% глинистых и неустойчивых минералов, сушат при температуре, не превышающей 80°C.

Высушенные образцы хранят в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием.

Штангенциркулем измеряют диаметр и длину образца в 5 сечениях с точностью до 0,02 см и определяют среднеарифметические величины.

## 2. Метод измерений

В установке типа АР-608 (ПИК-ПП и др.) для измерения проницаемости применен метод нестационарной фильтрации газа (гелия). Сущность метода заключается в определении переменной (нестационарной) скорости фильтрации газа через образец ГП под действием разности давлений. При нестационарной фильтрации скорость определяется известным объемом газа, прошедшим через образец ГП за фиксированный отрезок времени, при переменной разности давлений на входе и выходе из образца.

Проекстратированный и высушенный образец с известными размерами помещается в кернодержатель, в котором обжимается боковая поверхность образца с помощью резиновой манжеты так, чтобы не допустить проскальзывания газа между боковой поверхностью образца и манжетой. На вход образца подается импульс давления, и затем измеряются значения спада давления от времени. Проницаемость в этом случае вычисляется по формуле, полученной из комбинации уравнения Дарси и одномерного уравнения диффузии:

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} = \frac{\mu \beta K_{пп}}{K_{пр}} \cdot \frac{\partial P}{\partial t} \quad (15)$$

где:

$\mu$  - вязкость газа;

$\beta$  – коэффициент сжимаемости газа;

$K_{пп}$  – пористость,  $K_{пр}$  – проницаемость.

В установке типа UltraPoroPerm-500 или аналоге, для измерения коэффициента газопроницаемости применен метод стационарной фильтрации. Газ (воздух, азот или гелий) пропускается через образец ГП с известными размерами с постоянным перепадом давления между входом и выходом образца, или с постоянным расходом при установившемся перепаде давления. Проницаемость при установившейся фильтрации газа рассчитывается по формуле:

$$K_{пр} = \frac{1000 Q \mu L p_{бар}}{(p_1 - p_2) p_{cp} \cdot F} \quad (16)$$

где:

$K_{пр}$  – проницаемость по газу,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;

$Q$  – объемный расход газа, приведенный к среднему давлению в образце, при данном барометрическом давлении, см<sup>3</sup>/с;

$P_1$  и  $P_2$  - абсолютные давления на входном и выходном сечениях образца, 0.1 МПа (бар);

$P_{\text{бар}}$  – барометрическое давление, 0.1 МПа (бар);

$P_{\text{ср}} = (P_1 + P_2)/2$  – среднее давление в образце, 0.1 МПа (бар);

$\mu$  – вязкость газа при условиях фильтрации газа через образец, мПа·с;

$L$  – длина образца, см;

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

### 3. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации МИ в лаборатории предусматривает: контроль стабильности результатов лабораторных исследований керна (на основе контроля внутрилабораторной прецизионности, контроля, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, погрешности).

### 4. Алгоритм проведения контрольной процедуры для контроля внутрилабораторной прецизионности

Образцами для контроля являются рабочие пробы.

При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного  $\bar{X}_1$  и повторного  $\bar{X}_2$ ) содержание компонента в одной и той же рабочей пробе в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры  $R_k$  рассчитывают по формуле

$$R_k = |\bar{X}_1 - \bar{X}_2|. \quad (17)$$

При контроле внутрилабораторной прецизионности рассчитывают результат контрольной процедуры  $R_k$  в соответствии с (4), норматив контроля (предел внутрилабораторной прецизионности  $R_L$ ) по формуле

$$R_L = 2,77\sigma_{R_L}, \quad (18)$$

где

$\sigma_{R_L}$  – значение СКО внутрилабораторной прецизионности (показатель внутрилабораторной прецизионности результатов анализа), соответствующее содержанию компонента в пробе, найденному как среднее арифметическое значение  $\bar{\bar{X}}$  ( $\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2}$ ) результатов контрольных измерений  $\bar{X}_1$  и  $\bar{X}_2$ , используемых для получения результата контрольной процедуры  $R_k$ .

При контроле внутрилабораторной прецизионности подсчитывают в выборке  $B$  число  $h_k$  дефектных результатов контрольных процедур, т.е. результатов, для которых результат контрольной процедуры ( $R_k$ ) выходит за нормативы контроля ( $R_L$ ):

$$R_k > R_L \quad (19)$$

В соответствии с РМГ 76, полученное значение  $h_k$  сравнивают с приемочным числом  $h$ .

Если  $h_k \leq h$ , то внутрилабораторную прецизионность партии рабочих проб, полученных в течение контролируемого периода, считают удовлетворительной.

Если  $h_k \geq h'$ , то внутрилабораторную прецизионность признают неудовлетворительной и принимают меры по устранению неудовлетворительных результатов.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ В РАЗНЫХ НАПРАВЛЕНИЯХ НА ОРИЕНТИРОВАННОМ КЕРНЕ

Для эффективной разработки нефтяных и газовых месторождений с ТРИЗ учитывают анизотропию фильтрационных свойств продуктивных пластов. Известно, что проницаемость пласта по напластованию и в перпендикулярном ему направлении может различаться в десятки раз. Однако фильтрационные свойства могут существенно меняться и в различных направлениях по напластованию. Для уточнения параметров анизотропии по пласту необходимо отобрать ориентированный керн и выполнить измерения проницаемости по газу на полноразмерных образцах перпендикулярно и параллельно напластованию.

#### 1. Методика ориентирования образцов по сторонам света

При отборе керна специальной системой ориентирования керна привязка к сторонам света осуществляется совмещением образцов керна по сколам и главной метки нанесенной на боковую поверхность керна ориентированной системой КОС.

В случае отсутствия керна, отобранного специализированной КОС, проводится ориентировка керна с помощью палеомагнитного метода.

ГП земной коры обладают остаточной намагниченностью, обусловленной направлением магнитного поля Земли, которое существовало во времена образования ГП. Она связана с географическим положением древнего магнитного полюса. Лабораторное определение остаточной намагниченности является инструментом для пространственного ориентирования образцов керна, причем не только по отношению положения древнего магнитного полюса, но и по отношению к его современному местонахождению. Для непосредственного измерения используют выпиленные из керна (перпендикулярно напластованию) образцы цилиндрической формы высотой 22 мм и диаметром 25,4 мм. Упомянутые образцы должны быть смежными с теми, что служат для изучения упруго-деформационных свойств: нанесенная на них условная линия со стрелкой должна быть общей. Упомянутая линия служит условно выбранным направлением оси «х», к которой привязываются при исследовании оси главных напряжений и их азимут.

Подготовленные образцы в течение 10-15 суток выдерживают «по полю» (нанесенную на цилиндр стрелку направляют на север). Таким образом снимают «паразитную» намагниченность, полученную в результате транспортировки, хранения и обработки исходных кернов.

Используется следующее оборудование:

- Специальная электрическая печь для нагрева образцов, в которой нагревательный элемент помещен в трехслойный пермалловый экран, изолирующий образцы от влияния внешних магнитных полей. Ступенчатый нагрев и охлаждение образцов выполняется в результате этого в магнитном вакууме, создаваемом пермалловым экраном.
- Высокочастотный магнитометр (рок-генератор) JR-4 (Чехословакия, Брно), предназначенный для измерения остаточной магнитной поляризации образцов. Прибор слабо подвержен внешним помехам - блуждающим магнитным полям, что дает возможность использовать его в обычных помещениях.



Выделение древней вязкой компоненты намагниченности осуществляют многостадийным нагреванием (через 20 - 30 градусов) и охлаждением образцов в электрической печи. Верхний предел нагрева - 200 - 220°. Для каждого образца проводят 8-9 стадийное нагревание с измерением оставшейся намагниченности после каждого цикла «нагрев-охлаждение».

## 2. Выявление анизотропии проницаемости на полноразмерных образцах керна

Для исследований изготавливаются полноразмерные образцы диаметром 80 и 97 мм. Изучение проницаемости полноразмерных образцов производится на установке типа UPP-500 со специализированными турельными кернодержателями методом стационарной фильтрации по МИ с использованием кернодержателя для полноразмерных образцов, конструкция которого приведена на рисунке 1. Проницаемость вдоль напластования измеряется в шести различных направлениях через 60°, поперек напластования – в одном направлении.

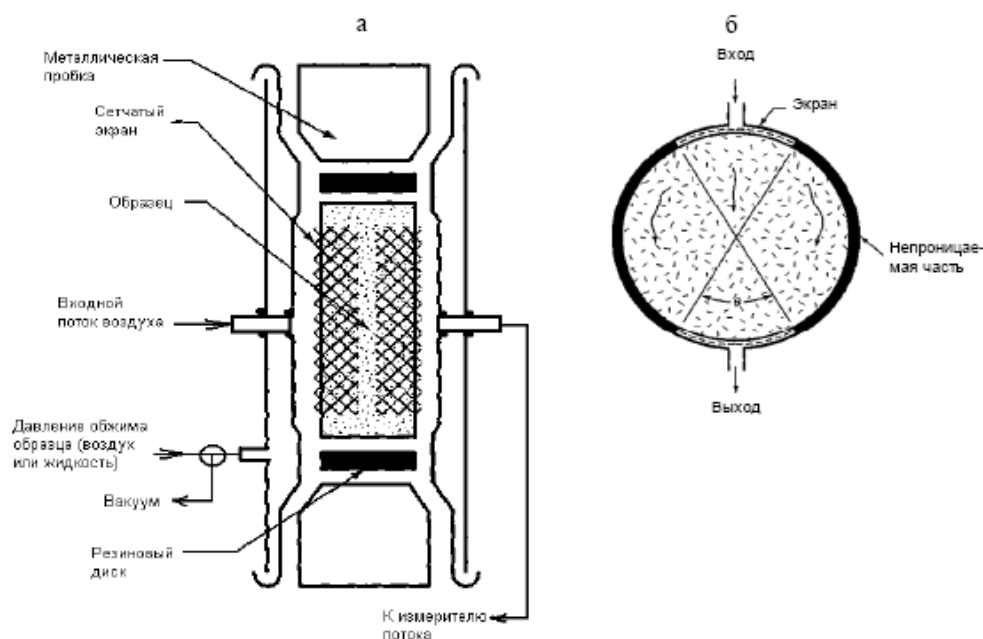
$$Ia = \frac{Kh}{Kv} \quad (20),$$

Где:

Ia – анизотропия;

Kh – горизонтальная проницаемость;

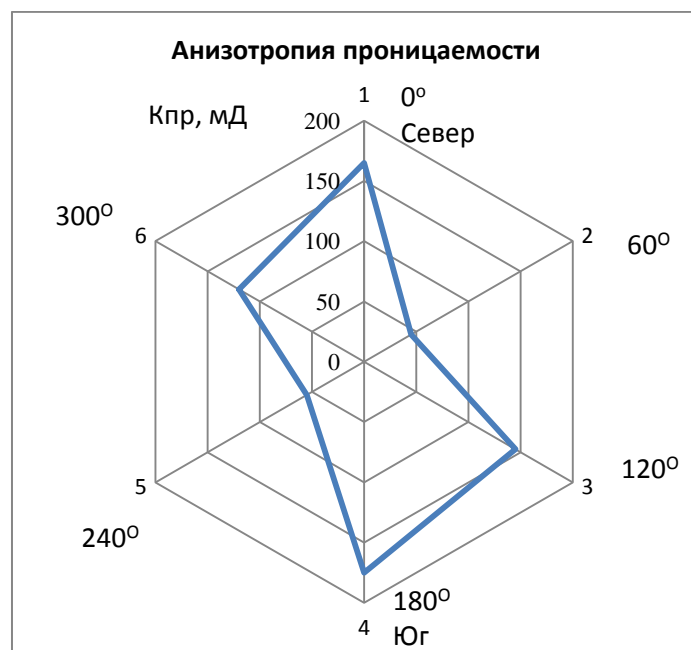
Kv - вертикальная проницаемость.



**Рис. 1 Конструкция кернодержателя для определения проницаемости вдоль напластования (а) и поперек напластования (б) для полноразмерных образцов**

Производится один замер проницаемости перпендикулярно напластованию и не менее 6 замеров параллельно напластованию.

По результатам замеров производится расчет анизотропии (20) по направлениям и строится эпюра с привязкой к сторонам света (рисунок 2).



**Рис. 2 Эпюра латеральной анизотропии**

## 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОНАСЫЩЕНИЯ И КОЭФФИЦИЕНТА НЕФТЕНАСЫЩЕНИЯ ПРЯМЫМ СПОСОБОМ

Настоящий раздел устанавливает методы количественного определения водо-нефтенасыщенности образцов ГП в аппаратах Дина-Старка. Раздел распространяется на ГП-коллекторы и покрышки нефти и газа.

Определения водо-нефтенасыщенности ГП проводятся на герметизированных (консервированных) образцах. Герметизация образцов проводится геологической службой ОГ или бурового подрядчика (подрядчика по отбору керна) непосредственно на буровой площадке сразу после извлечения керна из керноприемника после его подъема на дневную поверхность в соответствии с требованиями Положения Компании «Исследование керна» № П1-01.03 Р-0136. Иной порядок работ должен быть прописан в ГТЗ и согласован с геологической службой ОГ.

### 1. Аппаратура, реактивы и материалы

При проведении работ применяют следующие СИ и технические средства:

- Весы аналитические электронные первого класса точности с диапазоном  $0 \div 200$  г с приспособлением для взвешивания образцов в воде типа A&D HR-200 или аналогичные;
- Термометр лабораторный ТЛ-4 по ГОСТ 28498 или аналогичный;
- Эксикатор типа 2-250 мм по ГОСТ 23932, для хранения подготовленных к измерению образцов;
- Шкаф сушильный типа SNOL 180/350-1, или подобный с температурой нагрева не менее  $115^{\circ}\text{C}$ , с точностью установки температуры  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ;
- Шкаф вытяжной химический;
- Аппараты Сокслета по ГОСТ 25336;
- Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956;
- Пинцет медицинский по ГОСТ 21241;
- Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 55878;
- Бензол чда, хч по ГОСТ 5955;
- Толуол чда, хч по ГОСТ 50445.

### 2. Метод измерений

Водонасыщенность (нефтенасыщенность) образца ГП равна отношению объема воды (нефти) к объему пор.

$$K_B = \frac{V_B}{V_{\Pi}} \cdot 100\% \quad .. \quad (21)$$

$$K_H = \frac{V_H}{V_{\Pi}} \cdot 100\% \quad (22)$$

В аппаратах Дина-Старка применяется экстракционно-дистилляционный метод определения коэффициентов водо и нефтенасыщенности образцов ГП.

Аппарат Дина-Старка состоит из нагревательного устройства с терморегулятором, перегонной колбы, ловушки с градуированной пробиркой и холодильника.

Сущность метода состоит в том, что под действием температуры кипящего в перегонной колбе растворителя (толуола) вода испаряется из образца, и её пары поступают вместе с парами растворителя и нефти в холодильник, где конденсируются. Вода улавливается в градуированной пробирке ловушки, а растворитель и экстрагируемые УВ поступают обратно в перегонную колбу.

Содержание воды в образце определяется по количеству воды в ловушке, а нефти – по потере массы образца с учетом массы воды.

Если  $m$  и  $m_3$  – массы водонасыщенного образца до и после извлечения из него воды и нефти, то, зная плотность нефти  $\rho_n$  и измерив объем выделившейся воды  $V_B$  можно найти объемное содержание нефти в образце по формуле:

$$V_n = \frac{(m - m_3) - K \cdot V_B \cdot \rho_B}{\rho_n} \quad (23)$$

где  $K$  – коэффициент, учитывающий минерализацию воды в образце:

$\rho_B$  – плотность минерализованной воды в образце

Для расчета коэффициентов  $K_B$  (водонасыщенность) и  $K_H$  (нефтенасыщенность) необходимо значение объема пор образца. Для определения объема пор  $V_{\Pi}$  образца методом гидростатического взвешивания, или другим способом, требуется дополнительная экстракция УВ в аппаратах Сокслета.

### 3. Подготовка к выполнению измерений

Определение водо- и нефтенасыщенности в аппаратах Дина-Старка может проводиться как на образцах правильной геометрической формы (цилиндрах и кубиках), так и на кусках.

Отбор и изготовление образцов ГП правильной геометрической формы осуществляют по ГОСТ 26450.0 с помощью камнерезных, вертикально-сверлильных и шлифовальных станков, обеспечивая параллельность торцов образцов.

Полноразмерный керн, доставленный со скважины, разгерметизируют и изготавливают цилиндр диаметром 30мм и длиной 30÷35 мм или кубик с длиной ребра 30÷38 мм (в зависимости от диаметра шлифа аппарата Дина-Старка).

Высверливание цилиндра или изготовление кубика проводится с охлаждением трансформаторным маслом для того, чтобы исключить попадание воды в поры образца. В гидрофильной ГП контакт с водой может привести к вытеснению нефти из образца за счет

эффекта пропитки. Для предотвращения испарения флюидов, подготовленный к анализу образец помещается под слой трансформаторного масла.

Для отбора образцов в виде кусков неправильной формы выбирают кусок полноразмерного керна длиной не менее 100 мм. На расстоянии не менее 30 мм от края куса раскалывают его вдоль напластования таким образом, чтобы получился диск толщиной 35÷38 мм. Затем отпиливают (или обкалывают) края диска, получая продолговатый брусок с продольным размером 40÷60 мм и поперечным размером 35÷38 мм. Острые грани бруска скругляют, помещают в бокс известной массы (стеклянный бокс пористым дном, стаканчик из целлюлозы, или из фильтровальной бумаги) и заворачивают в пленку для пищевых продуктов. В таком виде образцы хранятся до завершения отбора партии образцов на анализ, выполняемый в день отбора, но не более двух часов.

Непосредственно перед загрузкой образцов в аппараты Дина – Старка должна быть определена их масса взвешиванием на электронных весах с точностью не менее  $\pm 0.001$  г. Перед взвешиванием излишки масла с поверхности образца удаляются фильтровальной бумагой. Образец помещается в бокс известной массы ( $m_6$ ) (стеклянный бокс с пористым дном, стаканчик из целлюлозы, или из фильтровальной бумаги) и взвешивается, значение веса  $m_1 = (m + m_6)$  заносится в рабочий Журнал. Стеклоблочные боксы с пористым дном, стаканчики из целлюлозы или фильтровальной бумаги предварительно должны быть высушены, охлаждены в эксикаторе с силикагелем и взвешены с точностью не менее  $\pm 0.001$  г.

#### 4. Выполнение измерений

Дистилляция в аппарате Дина-Старка. В колбу аппарата Дина-Старка заливают толуол примерно на 2/3 объема.

Взвешенный в боксе образец закладывается в колбу аппарата Дина-Старка, а затем проводится сборка аппарата.

Подготовленный к анализу аппарат устанавливается в колбонагреватель. В стеклянный холодильник подается проточная вода.

Нагрев включается после стабилизации водяного потока через холодильники, и толуол доводится до кипения.

Для полного извлечения воды из пор терригенных ГП необходимо выдержать образец в парах кипящего растворителя не менее 8 часов.

После стабилизации уровня жидкости в ловушке, выключить нагреватель и охладить аппарат.

После охлаждения аппарата Дина-Старка до комнатной температуры, поднять холодильник и закрепить его в лапке держателя. Тонкой проволокой с кольцом на конце сбить со стенок ловушки прилипшие капли воды, измерить объем воды в ловушке ( $V_v$ ), занести данные в Журнал и провести разборку аппарата.

Образец в боксе закладывают в аппарат Сокслета и экстрагируют в соответствии с требованиями ГОСТ 26450.0 и ГОСТ-26450.2.

После экстрагирования образец в бюксе высушивают до постоянного веса, проводят взвешивание и заносят результат в Журнал (вес после экстрагирования и сушки –  $m_2$ ).

После экстракции необходимо произвести обессоливание образцов в дистиллированной воде с последующей сушкой и определением сухого веса  $m_3$ . В случае сильно глинистых образцов обессоливание в дистиллированной воде может привести к разрушению образцов, поэтому в качестве сухого веса используют  $m_2$ .

## 5. Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерения следует проводить в следующей последовательности. Рассчитывают:

-объем воды в образце по формуле:

$$V_B^{\text{обп}} = K \cdot V_B; \quad (24)$$

-массу воды в образце по формуле:

$$m_B = V_B^{\text{обп}} \cdot \rho_B; \quad (25)$$

-массу нефти в образце по формуле:

$$m_H = m_1 - m_6 - m_3 - m_B; \quad (26)$$

-объем нефти в образце по формуле:

$$V_H = m_H / \rho_H; \quad (27)$$

-коэффициент водонасыщенности по формуле:

$$K_B = V_B^{\text{обп}} / V_H; \quad (28)$$

-коэффициент нефтенасыщенности по формуле

$$K_H = V_H / V_H; \quad (29)$$

где:

$V_H$  – объем пор, определяется отдельно методом насыщения жидкостью. В большинстве случаев для этого используется модель пластовой воды: раствор NaCl заданной минерализации. Для глинистых, сульфатизированных и слабосцементированных ГП применяется керосин.

$\rho_B$  – плотность минерализованной воды в образце;

$\rho_H$  – плотность разгазированной нефти в образце;

$K$  – Коэффициент, учитывающий минерализацию воды в образце.

Если наряду с нефтью в поровом пространстве ГП находится газ, что устанавливается по неравенству суммы объемов воды и нефти объему пор образца ( $V_H > (V_B + V_H)$ ), то следует определить коэффициент газонасыщенности  $K_g$ .

Объем газа в объеме пор определяется по формуле:

$$V_{\Gamma} = V_{\Pi} - (V_{\text{В}} + V_{\text{Н}}); \quad (30)$$

Коэффициент газонасыщенности определяется по формуле:

$$K_{\Gamma} = \frac{V_{\Gamma}}{V_{\Pi}}; \quad (31)$$

Коэффициент общей пористости  $K_{\Pi}$  определяют отдельно методом жидкостенасыщения.

Если плотность нефти ( $\delta_{\text{н}}$ ) неизвестна, ее следует принимать равной  $0.85 \text{ г/см}^3$ .

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОЙСТВ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ ЯМР

### 1. Область применения

Возможности традиционных методов ГИС при изучении сложнопостроенных коллекторов ограничены. Это обуславливает необходимость включения в комплекс ГИС новых, высокоинформативных методов, одним из которых является ЯМК. Применение ЯМК позволяет повысить достоверность и расширить круг решаемых геолого-геофизических задач. Для уточнения применяемых алгоритмов интерпретации ЯМК, необходимо проводить лабораторные исследования керна методом ЯМР.

### 2. Общие сведения

ЯМР основан на поглощении электромагнитной энергии при взаимодействии атомных ядер водорода (протонов), входящих в состав воды и УВ, с сильным постоянным магнитным полем и слабым переменным полем в направлении поперечном постоянному магнитному полю. В постоянном магнитном поле результирующий момент определяется постоянной времени продольной релаксации  $T_1$ . В переменном магнитном поле при импульсном воздействии происходит вращение магнитных моментов протонов вокруг постоянного поля, которое затухает во времени с постоянной времени поперечной релаксации  $T_2$ . Результат обработки регистрируемого сигнала ЯМК описывает распределение сигнала ЯМК по временам поперечной релаксации  $T_2$ , соответствующим разным скоростям релаксации флюида в порах разного размера. По своему физическому смыслу эта зависимость представляет собой дифференциальное распределение пористости от времени поперечной релаксации  $T_2$ .

Основополагающим принципом интерпретации ЯМК является метод отсечек. Время релаксации  $T_2=3$  мс соответствует пористости занятой связанной водой глин, времена релаксации  $T_2=33$  мс и  $T_2=92$  мс (носят название  $T_2$  граничное или  $T_{2 \text{ cut-off}}$ ), соответствуют пористости занятой капиллярно связанной водой в терригенных ГП и карбонатных ГП соответственно (рисунок 3), для реальных ГП указанные величины  $T_2$  граничное отличаются от указанных величин, и требуют уточнения проведением ЯМР исследований керна. Базовым условием для определения  $T_2$  граничного, является сопоставление спектра  $T_2$  при 100% водонасыщенном образце и спектра  $T_2$  полученного на образе с остаточной водонасыщенностью. В мировой практике давление  $P_c$  в системе вода-газ составляет величину 0,7 МПа, рекомендуется уточнять давление  $P_c$  в зависимости от зеркала воды. Время релаксации больше  $T_2=750$  мс соответствует пористости каверн.

Радиус исследования ЯМК составляет не более 40 см, и таким образом объектом исследования ЯМК является ГП, заполненная остаточной водой, УВ и ФБР.

Кроме стандартной регистрации времен релаксации  $T_2$  и  $T_1$ , полученных при непрерывной записи ЯМК по стволу скважины, в практике промысловых работ, все больший объем приходится на точечные замеры ЯМК с целью определения флюидонасыщенности объекта исследований (построение карт  $T_1$ - $T_2$ ,  $T_2$ -D).



На рисунке 4 показаны основные факторы, влияющие на ЯМК в скважине. Эти факторы обуславливаются особенностями скважинного прибора, параметрами записи, свойствами ГП, пластовых флюидов и флюидов заполняющих пространство скважины.

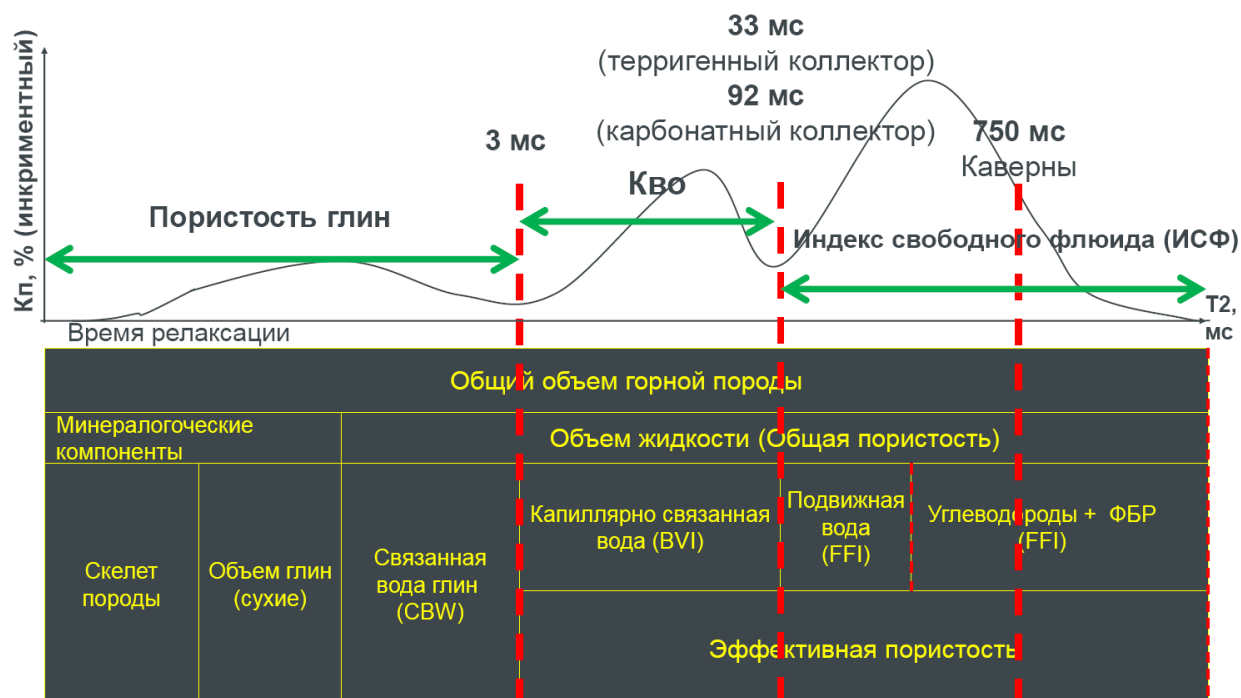


Рис. 3 Модель ГП, принцип интерпретации сигнала  $T_2$  по методу стандартных отсеков (Д.Р. Коатес и др., «Каротаж ЯМР принципы и применение»)

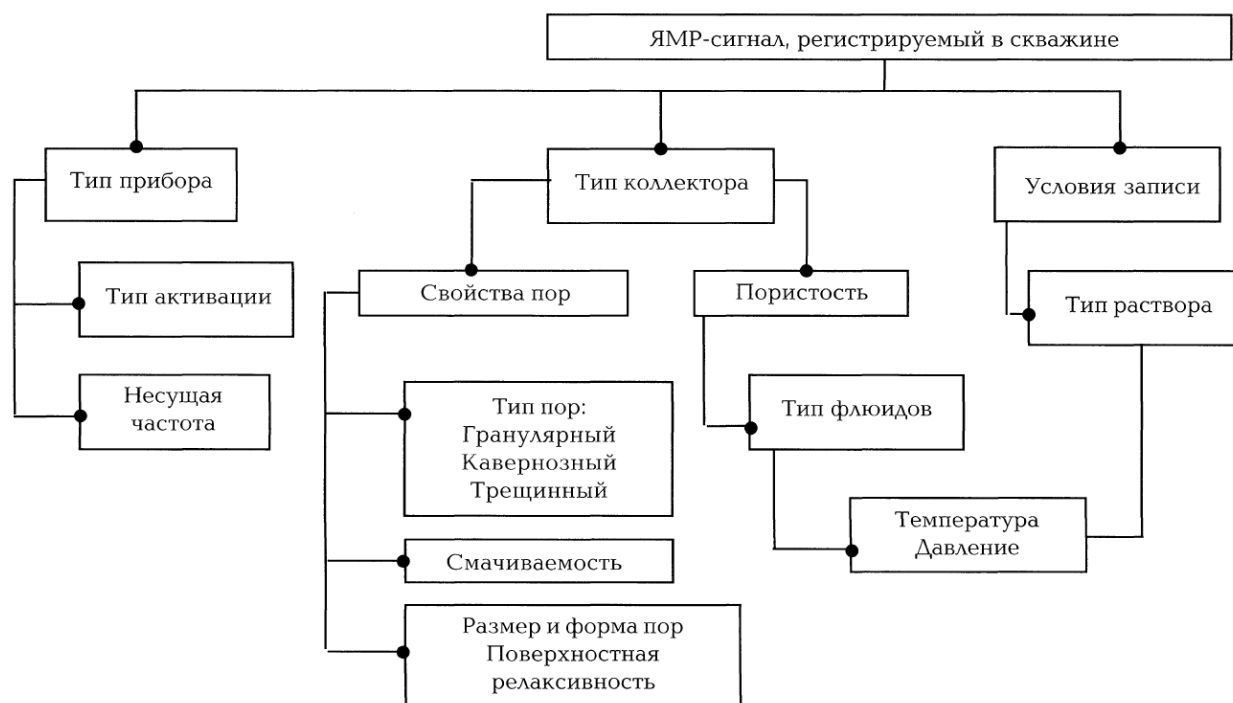


Рис. 4 Факторы, влияющие на ЯМК замер в скважине

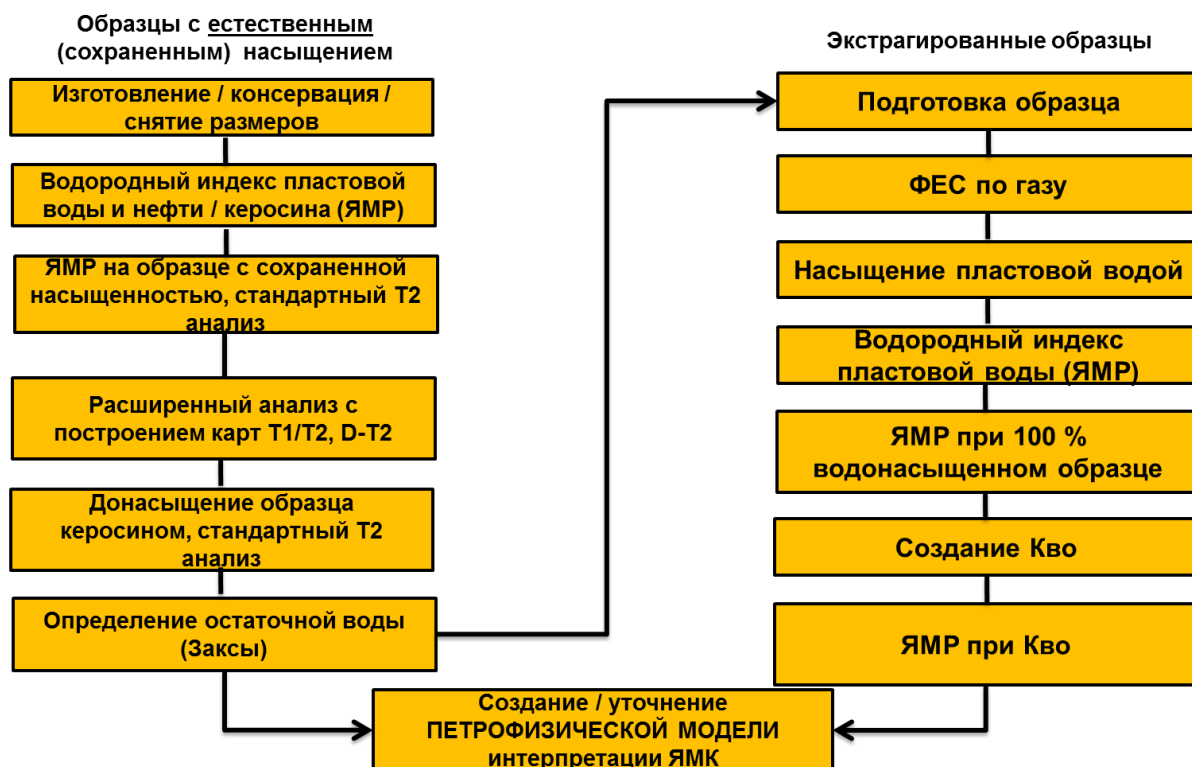
Изучение особенностей ГП, пластовых флюидов и технологических жидкостей, их влияние на сигнал ЯМК и является основной задачей ЯМР в лабораторных условиях.

ЯМР исследования на образцах керна проводятся на специализированных спектрометрах аналогичных «Geospec DRX-HF/75» производства компании Magnetic Resonance/Oxford Instruments (Великобритания) с рабочей частотой 2,333 МГц при величине магнитной индукции 0,056 Тл, что позволяет проводить измерения на частоте большинства скважинных ЯМК-зондов, упрощая задачу интерпретации ЯМК. Также для исследований ЯМР керна используются приборы «Хроматек-Протон 20», «МСТ-05» и им подобные. Спектрометры «Хроматек-Протон 20» с частотой 12 МГц рекомендуется использовать только для определения общей пористости.

Конструктивно аппарат состоит из блока магнита, блока электроники и охладителя градиентных катушек (если они имеются). Все измерения проводятся при температуре  $26^{\circ}\text{C} \div 40^{\circ}\text{C}$  в зависимости от конструкции спектрометра и давлении 1 атм, допускается проведение измерений при ТБУ при наличии технической возможности. Для проведения измерений в ТБУ необходимо наличие пластовой ячейки состоящей из специального не магнитного кернодержателя высокого давления и системы поддержания высокой температуры и давления. Все измерительные операции и операции по настройке производятся с помощью ПО «GIT Advanced» или аналогичному. Конструкция ЯМР спектрометра «Geospec DRX-HF 2/75» позволяет проводить не только стандартные ЯМР исследования, но и специальные замеры с использованием градиентных катушек (построение карт  $T_1$ - $T_2$ ,  $T_2$ -Диффузия и другое.)

Объектами исследований ЯМР в лабораторных условиях являются образцы керна с различным насыщением флюидами до экстракции, после экстракции, а также различные пластовые флюиды (нефть, вода) и технологические жидкости (буровые растворы, ФБР).

При организации лабораторных исследований образцов керна до экстракции и после экстракции необходимо учитывать специфику проведения таких исследований, на рисунке 5 показана последовательность проведения исследований при различном состоянии образцов керна.



**Рис. 5 Типовая схема изучения образцов керна ЯМР**

ЯМР-релаксометры типа «Geospec DRX HF» или аналогичный ему предназначены для определения водородосодержания ГП. Путем обработки результатов получается оценка общей пористости, а также производится оценка насыщенности образца различными флюидами.

Объектом исследований должен быть цилиндрический образец правильной геометрической формы диаметром от 2,14 см до 7 см. Установка позволяет проводить исследования при давлении в 1 атм. во всем диапазоне проницаемости и пористости ГП, включая слабосцементированные и несцементированные образцы, и диапазоне изменения коэффициента водонасыщенности (или насыщенности другими флюидами) порового пространства от 100 % до остаточного условно неснижаемого значения, создаваемого методами центрифугирования или иными возможными (полупроницаемая мембрана). Ограничением является присутствие ферромагнетиков в ГП образца, либо в материале упаковки, что может изменить величину магнетизации в данной точке магнитного поля и внести ошибку в получаемые результаты. С целью минимизации такого негативного воздействия металлов на результаты ЯМР при исследованиях неконсолидированных образцов керна на торцы образцов помещаются специальные тканевые фильтры и фторопластовые планшайбы.

### **3. Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**

- ЯМР-релаксометр «Geospec DRX HF» производства компании «Magnetic Resonance» концерна «Oxford Instruments» или аналогичный;
- Технологический персональный компьютер с установленными ПО «RINMR» и «GIT Advanced» или аналогичное;
- Весы лабораторные аналитические с погрешностью измерений 0,2 мг;
- Эксикатор по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336;
- Модель пластовой воды, приготовленная по ГОСТ 26450.0.

### **4. Метод измерений**

Определение общей пористости и остаточной водонасыщенности основаны на теории ЯМР. Флюид, находящийся в поровом пространстве образца, помещенного в поле постоянного магнита, подвергается воздействию постоянного магнитного поля. Воздействие постоянного магнитного поля вызывает поляризацию в продольной плоскости протонов водорода (ядер), находящихся во флюиде и в кристаллическом виде в ГП образца. Частота протонного резонанса, на которой происходит поляризация и на которую настроен прибор, равна 2,333 МГц.

Управляющее ПО с помощью радиочастотного и градиентного усилителей подаёт цикл импульсов осциллирующего магнитного поля Карла-Парселла-Мейбума-Гилла. В образце происходит поворот направления поляризации из продольной плоскости в поперечную, а затем и на 180° в поперечной плоскости в течение всего цикла. Результатом изменения направления векторов намагниченности протонов водорода является появление импульсов изменения величины магнетизации поля, называемых «эхо-сигналами». С течением времени амплитуда этих сигналов уменьшается, так как происходит постепенный процесс поляризации протонов в продольной плоскости из-за воздействия постоянного магнитного

поля. Совокупность эхо-сигналов позволяет построить кривую уменьшения величины магнетизации поля с течением времени, а последующая обработка и пересчет данной кривой с использованием обратного преобразования Лапласа позволяют построить кривую зависимости парциальной (инкрементной) пористости и кумулятивной пористости от времени затухания (релаксации) величины магнетизации в поперечной плоскости, называемой кривой распределения времени релаксации в поперечной плоскости ( $T_2$ ). Для получения достоверной информации при исследовании образец подвергается воздействию целого ряда последовательностей Карла-Парселла-Мейбума-Гилла.

Совокупность данных по инкрементной пористости позволяет определить общее количество атомов водорода в поровом пространстве образца и при пересчете на объем образца позволяет вычислить величину общей пористости.

Остаточная водонасыщенность определяется как соотношение значений общей пористости образца, подвергнутого процедуре создания остаточного водонасыщения методом центрифугирования (либо с помощью полупроницаемой мембраны), к пористости образца со 100% насыщением.

## 5. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Настоящая методика обеспечивает получение результатов лабораторных исследований керна методом ЯМР с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в Таблице 3.

Значения показателя точности методики используют при:

- оценке деятельности испытательной лаборатории на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной испытательной лаборатории.

**Таблица 3**  
**Диапазон измерений, значений показателей точности и воспроизводимости**

| Диапазон измерения, %                     | Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости) $\sigma_R$ , % | Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами, полученными двумя исполнителями) $R$ , % | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ и $n=2$ ) $\Delta$ , % |
|---|---|---|--|
| 1   | 2   | 3   | 4  |
| Общая пористость от 0 до 40 %.            | -   | -   | 4  |
| Остаточная водонасыщенность от 1 до 100 % | -   | -   | 10   |

## 6. Требования безопасности

При выполнении измерений общей пористости и водонасыщенности образцов ГП с использования ЯМР-релаксометра, необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности:

- Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.
- Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019.
- Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.
- Помещение испытательной лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.
- Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

## 7. Требования к квалификации операторов

Оператор должен иметь высшее техническое образование с нефтегазовым профилем, либо высшее техническое или естественно-научное образование с дополнительным производственным или иным обучением в области геологии и петрофизики, иметь навык работы с компьютером и СИ. Рекомендуются знание английского языка со словарным запасом в области петрофизических исследований.

К самостоятельной работе на ЯМР-релаксометре персонал допускается после прохождения стажировки (от 15 до 30 рабочих дней, в зависимости от квалификации), под руководством опытного работника или руководителя НИР.

Сведения о проведенной стажировке с указанием количества часов и допуск к самостоятельной работе после стажировки и проверки приобретенных навыков оформляется записью в Журнале регистрации инструктажа на рабочем месте.

Персонал, занятый работами на ЯМР-релаксометре, должен пройти проверку знаний на присвоение III группы по электробезопасности.

Для правильного и безопасного обслуживания ЯМР-релаксометра персонал должен быть ознакомлен с инструкцией по эксплуатации данной установки, методикой выполнения измерений и инструкцией по ОТ. Обслуживающему персоналу инструкции должны быть выданы на руки.

## 8. Условия измерений

Испытания проводятся в лабораторных условиях:

- температура окружающего воздуха ( $19 \div 25$ ) °C, изменение в течение суток – не более 2°C;
- атмосферное давление ( $84 \div 106$ ) кПа;
- относительная влажность не более 95%;
- напряжение в сети ( $220 \pm 10$ ) В, для трехфазного питания: 380 В;
- частота переменного тока ( $50 \pm 1$ ) Гц;

- фильтрация воздуха от ферромагнитных частиц;
- экранирование от магнитных помех, помещение металлических предметов и электронных устройств на безопасное расстояние от блока магнита.

## 9. Подготовка к выполнению измерений

Перед началом каждой серии измерений необходимо провести процедуру проверки показаний температуры магнита и градиентных катушек на электронном блоке, а также показания фактической температуры на индикаторе охладителя градиентных катушек.

После проверки значений температуры следует провести процедуру настройки резонансной частоты, проверки параметров датчика, после чего осуществить процедуру калибровки с применением калибровочных образцов, предоставленных компанией «Green Imaging Technologies».

Параллельно с вышеуказанными операциями необходимо осуществить операцию термостабилизации образцов до температуры измерений, что возможно двумя путями: путем выдерживания образца в термошкафу, либо в последующей после калибровки выдержке образца в зоне измерений в датчике в блоке постоянного магнита.

Перед помещением образца в зону измерений для проведения процессов исследования, необходимо покрыть образец двойным слоем пленки для уменьшения процесса испарения жидкости из его порового пространства во время измерений, а также измерить габариты образца, его весовые и, по возможности, другие параметры, рекомендуемые для занесения в базу данных. Полная таблица данных по образцам, рекомендуемая для заполнения перед проведением эксперимента приведена в Таблице 2 настоящего раздела.

## 10. Выполнение измерений

Данные, имеющиеся в Таблице 2, заносятся в базу данных ПО «GIT Advanced».

После достижения термостабилизации упакованный в двойной слой пленки 100% насыщенный флюидом (-ами) образец и находящийся в зоне измерения датчика (в колбе) в блоке постоянного магнита, подвергается процедуре центрирования с помощью измерительного теста «Saturation Profile», все значения указываются по умолчанию (в случае, если необходим более точный тест, что будет видно из сильно изрезанной получаемой картины, то количество сканов NSA необходимо увеличить до 128). Индикатором отсутствия завершения процесса термостабилизации является изменение картины результата теста при последовательном проведении серии из двух тестов без смещения положения образца. Центрирование образца осуществляется путем смещения колбы в вертикальном направлении.

Задаются данные о состоянии образца, где указываются данные о водородном индексе флюида насыщения. Если водородный индекс флюида насыщения неизвестен, либо флюидов несколько, то выбирается флюид типа «Undefined» (в этом случае подразумевается водородный индекс = 1), либо наиболее вероятный водородный индекс для флюидов подобного типа, полученный на основе предыдущей статистики исследований.

Задается измерительный тест «T2-distribution», указывается количество сканов, равных 16 (NSA=16), а также максимальное значение  $T_2=2500$  мсек. Все остальные параметры



используются по умолчанию. В результате этого теста вручную определяется  $T_2$  максимальное – максимальное ненулевое значение  $T_2$  на полученной картине распределения. В отдельных случаях возможно появление отдельных «пиков»  $T_2$ -распределения на значениях, выше 3000 мсек, либо отсутствие «ухода» кривой распределения в ноль в крайней правой точки графика – в таких случаях требуется ещё раз провести тест « $T_2$ -distribution» с большим количеством сканов с целью уменьшения влияния погрешности обратного преобразования Лапласа, используемого для получения  $T_2$ -распределения из первичного информативного сигнала и приведшего к появлению подобных явлений.

Проводится повторный тест « $T_2$ -distribution», количество сканов указывается таким образом, чтобы соотношение сигнал-шум (SNR) было больше 100. Если при  $SNR > 100$  количество сканов равняется 16, то количество сканов необходимо увеличить минимум в два раза. В поле «Recycle Delay» указывается максимальное значение, полученное ранее, оно должно быть больше в 7,5 раза. Результатом будет являться построение кривой распределения  $T_2$  и расчета значения общей пористости по ЯМР для данного образца.

Образец извлекается из зоны измерений и отдается на процедуру создания остаточного водонасыщения методом центрифугирования или полупроницаемой мембраны.

После процедуры создания остаточного водонасыщения в образце и измерения веса образца, последний необходимо упаковать в двойной слой пленки, поместить в термошкаф, либо непосредственно в зону измерения датчика в блоке магнита для термостабилизации, после чего выполняются ранее описанные процедуры измерения.

В ПО «GIT Advanced» запускается функция расчетного теста « $T_2$ -analysis». Результатом является определение граничного времени  $T_2$ . Данные этого теста, по которым также автоматически строятся финальные графики зависимостей инкрементной и кумулятивной пористости от времени  $T_2$ , копируются и переносятся в виде таблицы значений для оформления отчета в Microsoft Excel.

*Примечание:* По окончании серии измерений, рекомендуется провести процедуру резервного копирования базы данных.

## 11. Обработка результатов измерений

Расчет общей пористости по результатам теста « $T_2$ -distribution» ЯМР-исследований определяется автоматически с точностью до десятых долей. В случае необходимости, возможно посчитать данную величину самостоятельно с большей точностью. Для этого необходимо запустить функцию «HI Determination» в ПО «GIT Advanced», в результате которой будет отображено значение объема по ЯМР «NMR volume», определенного с учетом указанного в тесте водородного индекса флюида насыщения. По указанной ниже формуле (1) в случае необходимости проводится повторный расчет общей пористости:

$$K_{\text{побщ\_по\_ЯМР}} = \frac{NMR\_volume}{Actual\_volume} \cdot 100\%; \quad (32)$$

где:

$NMR\_volume$  - объем по ЯМР, определенный с учетом водородного индекса указанного флюида,  $\text{см}^3$ ;

$Actual\_volume$  - фактический объем образца, определенный весовым методом,  $\text{см}^3$ .

Для контроля полученного значения общей пористости по ЯМР, его необходимо сравнить со значением коэффициента пористости, полученного весовым методом.

Расчет остаточной водонасыщенности, граничного значения времени релаксации в поперечной плоскости

Значение граничного времени релаксации в поперечной плоскости ( $T_2$  граничное) определяется в ПО «GIT Advanced» автоматически: таковым значением  $T_2$  является значение по оси абсцисс на финальном получаемом графике точки пересечения горизонтальной прямой, совмещенной с горизонтальным участком кривой кумулятивной пористости для состояния образца с остаточной насыщенностью, с кривой кумулятивной пористости образца для случая 100% насыщения порового пространства флюидом (флюидами).

Остаточная водонасыщенность по ЯМР определяется следующим образом:

$$K_{\text{во\_ямр}} = \frac{K_{\text{п\_ямр\_1}}}{K_{\text{п\_ямр\_2}}} \cdot 100\% \quad (33)$$

где:

$K_{\text{п\_ямр\_1}}$  - коэффициент общей пористости по ЯМР для состояния образца ГП с остаточной насыщенностью, %;

$K_{\text{п\_ямр\_2}}$  - коэффициент общей пористости по ЯМР для состояния образца ГП при 100% насыщении водой, %.

Остаточная водонасыщенность по весовому методу рассчитывается по следующей формуле:

$$K_{\text{во}} = \frac{M_{\text{во}} - M_{\text{с}}}{M_{\text{в}} - M_{\text{с}}} \cdot 100\%, \quad (34)$$

где

$K_{\text{во}}$  - коэффициент остаточной водонасыщенности образца, %;

$M_{\text{с}}$  - масса сухого образца, г;

$M_{\text{в}}$  - масса образца с насыщением 100%, г;

$M_{\text{во}}$  - масса образца с остаточным насыщением флюида.

Проводится сравнение значений остаточной водонасыщенности по ЯМР со значением по весовому методу для контроля полученных значений водонасыщенности по ЯМР.

По полученному финальному графику определяются следующие параметры:

а) Пористость глин (CBW) – определяется как значение кривой кумулятивной пористости для случая со 100% насыщением образца в точке со значением  $T_2 = 2,5$  мсек (или иное значение, определенное экспериментально другими методами исследований);

б) Общий объем связанной воды, приходящийся на капиллярно удерживаемую воду (BVI) – определяется как значение кривой кумулятивной пористости в точке со значением  $T_2$ , равным граничному значению этого параметра, за вычетом пористости глин;

в) Индекс свободного (подвижного) флюида (FFI) – определяется по следующей формуле:

$$FFI = K_{\text{п\_ямр}} - BVI - CBW, \quad (35)$$

где:

$FFI$  - индекс свободного (подвижного) флюида, %;

$K_{\text{п\_ямр}}$  - коэффициент общей пористости по ЯМР (при 100% насыщении), %;

$BVI$  - общий объем связанной воды, приходящийся на капиллярно удерживаемую воду, %;

$CBW$  - пористость глин, %.

г) Эффективная пористость (Effective Porosity) - определяется по следующей формуле:



$$Effective_{porosity} = BVI + FFI, \quad (36)$$

где:

$Effective_{porosity}$  - эффективная пористость, %;

$BVI$  - общий объем связанной воды, приходящийся на капиллярно удерживаемую воду, %;

$FFI$  - индекс свободного (подвижного) флюида, %.

## 12. Оформление результатов измерений

Данные из графика, полученного в результате запуска расчетного теста «T2 analysis» (финальный график) копируются и помещаются в соответствующие поля заранее разработанного файла отчета формата Microsoft Excel.

В указанный файл отчета формата Microsoft Excel заполняются общие данные по образцу ГП, схожие с данными, заполненными в базу данных ПО «GIT Advanced»; а также значения весов образца ГП: сухого, 100% насыщенного в воздухе и в жидкости насыщения, в воздухе с остаточным насыщением. Дополнительно в случае необходимости возможно предоставление отчета в формате pdf, полученного в среде ПО «GIT Advanced» с указанием значения общей пористости для состояния образца со 100% насыщением, граничного значения времени  $T_2$  и параметров проведенного исследования: количество сканов, соотношение «сигнал-шум» и т.д.

Примеры отчета в формате Microsoft Excel приведены в Таблице 4 настоящего раздела, а также на рисунке 6.

## 13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в испытательной лаборатории предусматривает: контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля внутрилабораторной прецизионности, контроля стабильности СКО повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, погрешности).

## 14. Алгоритм проведения контрольной процедуры для контроля повторяемости

Образцами для контроля являются рабочие пробы.

Контроль повторяемости результатов контрольных определений проводятся в результате анализа двух параллельных определений.

Процедура контроля предусматривает сравнение абсолютного расхождения  $r_k$  между наибольшим  $X_{max}$  и наименьшим  $X_{min}$  результатами контрольных определений, выполненных для получения результата контрольного измерения, с пределом повторяемости  $r_n$ .

За результат контрольного измерения принимают среднее из результатов  $n$  контрольных определений, если выполнено условие:

$$r_k = X_{max} - X_{min} \leq r_n, \quad (37)$$

Предел повторяемости рассчитывается по формуле:

$$r_n = Q \cdot (P, n) \cdot \sigma_r, \quad (38)$$

где:

$Q(P, n)$  – коэффициент, зависящий от числа контрольных определений  $n$  и доверительной вероятности  $P$ ;

$\sigma_r$  – значение СКО повторяемости, соответствующее содержанию компонента в пробе, найденному как среднее арифметическое значение результатов контрольных определений.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

## 15. Алгоритм проведения контрольной процедуры для контроля внутрилабораторной прецизионности

Образцами для контроля являются рабочие пробы. При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного  $\bar{X}_1$  и повторного  $\bar{X}_2$ ) содержание компонента в одной и той же рабочей пробе в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры  $R_k$  рассчитывают по формуле:

$$R_k = |\bar{X}_1 - \bar{X}_2|. \quad (39)$$

При контроле внутрилабораторной прецизионности рассчитывают результат контрольной процедуры  $R_k$  в соответствии с (7), норматив контроля (предел внутрилабораторной прецизионности  $R_{\text{л}}$ ) по формуле:

$$R_{\text{л}} = 2,77\sigma_{R_{\text{л}}}, \quad (40)$$

где:

$\sigma_{R_{\text{л}}}$  – значение СКО внутрилабораторной прецизионности (показатель внутрилабораторной прецизионности результатов анализа), соответствующее содержанию компонента в пробе, найденному как среднее арифметическое значение  $\bar{\bar{X}}$  ( $\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2}$ ) результатов контрольных измерений  $\bar{X}_1$  и  $\bar{X}_2$ , используемых для получения результата контрольной процедуры  $R_k$ .

При контроле внутрилабораторной прецизионности подсчитывают в выборке  $B$  число  $h_k$  дефектных результатов контрольных процедур, т.е. результатов, для которых результат контрольной процедуры ( $R_k$ ) выходит за нормативы контроля ( $R_{\text{л}}$ ):

$$R_k > R_{\text{л}} \quad (41)$$

В соответствии с РМГ 76, полученное значение  $h_k$  сравнивают с приемочным числом  $h$ .

Если  $h_k \leq h$ , то внутрилабораторную прецизионность партии рабочих проб, полученных в течение контролируемого периода, считают удовлетворительной.

Если  $h_k \geq h'$ , то внутрилабораторную прецизионность признают неудовлетворительной и принимают меры по устранению неудовлетворительных результатов.



Распределение времени  $T_2$  (ЯМР) для обр. № N-1. Месторождение Лесное, скважина 1-СХ

а)



Распределение времени  $T_2$  (ЯМР) для обр. № N-1. Месторождение Лесное, скважина 1-СХ

б)



Рис. 6 Примеры распределений  $T_2$  для образцов керна а), б) и флюидов в)

**Таблица 4**  
**Отчет ЯМР исследований образцов керна**  
**Лесное месторождение, Скважина 1-СХ**

| № п/п |   | № образца |   | Направление |   | Интервал отбора, м |   | Вынос керна, м |    | Место взятия, м |    | Глубина по бурению, м |    | Глубина по ГИС, м |    | Литологическое описание |    | Стратиграфическая единица |    | Пористость, % |    | Проницаемость по Клинкенбергу, мД |    | Стандартный комплекс, при T <sub>2</sub> гр.= 33 мс* |    |    |    | Расширенный комплекс, T2 гр. уточнено с учетом данных капилляриметрии |    |    |    |    |    |    |  |
|-------|---|-----------|---|-------------|---|--------------------|---|----------------|----|-----------------|----|-----------------------|----|-------------------|----|-------------------------|----|---------------------------|----|---------------|----|-----------------------------------|----|--|----|----|----|---|----|----|----|----|----|----|--|
| 1     | 2 | 3         | 4 | 5           | 6 | 7                  | 8 | 9              | 10 | 11              | 12 | 13                    | 14 | 15                | 16 | 17                      | 18 | 19                        | 20 | 21            | 22 | 23                                | 24 | 25   | 26 | 27 | 28 | 29  | 30 | 31 | 32 | 33 | 34 | 35 |  |
|       |   |           |   |             |   |                    |   |                |    |                 |    |                       |    |                   |    |                         |    |                           |    |               |    |                                   |    |  |    |    |    |   |    |    |    |    |    |    |  |

\*- величина T<sub>2</sub> граничное принимается 33 и 92 мс, при отсутствии данных полученных на собственном керне. При наличии данных полученных на собственном керне предпочтение отдается последним.

## 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОУДЕРЖИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ

### 1. Аппаратура, реактивы и материалы

- шкаф сушильный типа SNOL 180/350-1, или подобный с температурой нагрева не менее 150° С;
- вакуумная система, обеспечивающая получение разрежения до  $10^{-2}$  мм. рт. ст.;
- сатуратор для до насыщения образцов под давление типа AST-SM-500 или подобный, обеспечивающий давление не менее 150 кгс/см<sup>2</sup>;
- силикагель марки АСК по ГОСТ 3956;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- эксикатор типа 2-250 мм по ГОСТ 25336, для хранения подготовленных к измерению образцов;
- центрифуга лабораторная медицинская РС-6 с ротором РУ 8\*90 с пределами регулирования температуры в рабочей камере от 0 до +30° С, изготовленная по ГОСТ 15150 или подобная;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- пинцет медицинский ГОСТ 21241;
- кристаллизатор или другие емкости для хранения образцов и растворов по ГОСТ 25336;
- центрифужный стакан из капролона;
- песок кварцевый фракции 0.25 мм или другой водоудерживающий материал;
- дробь мелкая свинцовая, для уравнивания стаканов;
- весы аналитические электронные первого класса точности типа A&D HR-200 или подобные с диапазоном 0÷200 г и с приспособлением для гидростатического взвешивания;
- цифровой измеритель линейных размеров (штангенциркуль цифровой S-235 PAT Pro-Max) с точностью ±0,01 мм или подобный.

### 2. Метод измерений

Величина коэффициента водоудерживающей способности характеризует способность ГП удерживать воду при удалении последней в определенных, единых для всех ГП, условиях. Она отражает литолого-минералогическую характеристику, коллекторские свойства и структуру порового пространства ГП, а также способность их к аккумуляции УВ в залежи.

Метод центрифугирования основан на вытеснении свободной воды из образца под действием центробежных сил. Он заключается в центрифугировании насыщенных водой образцов и взвешивании их до и после центрифугирования, после чего определяется объем воды, оставшийся в образце. Продолжительность опыта должна быть достаточной для стабилизации количества воды, оставшейся в образце.

### 3. Подготовка к выполнению измерений

Отбор образцов ГП осуществляется по ГОСТ 26450.0.

Для определения коэффициента водоудерживающей способности используют образцы цилиндрической формы диаметром  $30 \pm 2$  мм и высотой  $30 \pm 5$  мм. Допускается определение коэффициента водоудерживающей способности на цилиндрах, размеры, которых не менее 20x20 мм

Дальнейшую подготовку образцов (экстракцию, отмывку, сушку, насыщение) проводят в соответствии с ГОСТ 26450.0.

Подготавливают стаканчики для центрифугирования. Для сбора выходящей из образца жидкости дно стаканчика заполняют водоудерживающим материалом, сухим кварцевым песком.

Объем насыпаемого в стаканчик материала и конструкция стаканчика должны обеспечивать заданное, одинаковое расстояние R от оси вращения углового ротора до точки пересечения оси центрифужного стаканчика с основанием стандартного (30x30 мм) образца керна.

С целью параллельного определения или контроля открытой пористости необходимо установить массу водонасыщенных образцов ( $m_2$ ) взвешиванием их в рабочей жидкости.

#### 4. Выполнение измерений

1. Образец извлекают пинцетом из эксикатора с раствором. Удаляют избыток рабочей жидкости с поверхности образца обкатыванием на увлажненной фильтровальной бумаге (3-4 слоя).
2. Определяют массу полностью водонасыщенного образца ( $m_1$ ) взвешиванием его в воздухе с точностью до  $\pm 0.001$  г.
3. Помещают образец в предварительно подготовленный центрифужный стаканчик и герметизируют его крышкой с пробкой. Аналогичные операции с образцами выполняют до заполнения всех центрифужных стаканчиков для одной зарядки ротора центрифуги. После чего уравнивают массы стаканчиков с образцами, в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации центрифуги.
4. После загрузки центрифуги, закрывают крышки ротора и рабочей камеры центрифуги и выставляют рабочую температуру камеры  $20^\circ\text{C}$ . После достижения заданной температуры, приступают к центрифугированию.
5. Режим центрифугирования следующий: частота вращения ротора 5000 об/мин, радиус вращения 11 см, время центрифугирования 40 минут.
6. Включают центрифугу и осуществляют равномерный набор скорости вращения в течение 5 минут, т.е. с ускорением не более  $1000 \text{ об/мин}^2$ . Если центрифуга разгоняется быстрее, чем за 5 минут, следует проводить ступенчатый набор скорости с шагом в 1000 об/мин и временем выдерживания прибора на каждом шаге не менее 1 минуты.
7. Время центрифугирования отсчитывается с момента набора заданной скорости. По истечении установленного времени двигатель центрифуги отключают.
8. После остановки ротора из него извлекают стаканчики с образцами. Поочередно извлекают образцы, определяют их массу ( $m_3$ ). Результаты взвешивания заносят в рабочий Журнал с точностью до  $\pm 0.001$  г.

## 5. Обработка результатов измерений

Расчет коэффициента водоудерживающей способности в процентах от объема пор производится по формуле:

$$K_{вс} = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \cdot 100\% \quad (42)$$

где:

$m_0$ —масса экстрагированного и высушенного образца;

$m_1$ —масса водонасыщенного образца;

$m_3$ —масса образца после центрифугирования.



## 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОНАСЫЩЕННОСТИ ПОРОВОГО ПРОСТРАНСТВА ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД В ЗАВИСИМОСТИ ОТ КАПИЛЛЯРНОГО ДАВЛЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ГРУППОВОГО КАПИЛЛЯРИМЕТРА

### 1. Аппаратура, реактивы и материалы

- Капилляриметр групповой, включающий следующие основные блоки:
  - ◆ Блоки подачи и контроля давления газа;
  - ◆ Камеры для испытания образцов;
  - ◆ Вакуумный блок;
  - ◆ Блок дегазации воды;
- Весы аналитические электронные первого класса точности типа A&D HR-200 или подобные с диапазоном  $0 \div 200$  г;
- Эксикатор по ГОСТ 23932;
- Модель пластовой воды, приготовленная по ГОСТ 26450.0;
- Линия сжатого воздуха с фильтром-осушителем GAS (Италия) или аналогичным на выходе, с давлением не менее 0,7 МПа. Максимально допустимое давление в линии 1,2 МПа;
- Газовый баллон с азотом по ГОСТ 949, рабочее давление 14,7 МПа ( $150 \text{ кгс/см}^2$ ) и редуктором с выходным давлением не ниже 1,5 МПа.

### 2. Метод измерений

Лабораторный метод определения коэффициента водонасыщенности порового пространства в капилляриметре основан на дренировании подвижного флюида из образца ГП через полупроницаемую мембрану под действием избыточного давления газа в камере капилляриметра. Образец ГП подвергается воздействию давления известной величины в течение определенного времени, необходимого для стабилизации водонасыщенности образца.

По окончании цикла фиксируется изменение массы образца, и процесс повторяется на более высоком уровне давления.

Эта процедура моделирует начальное вытеснение воды из осадочной ГП нефтью или газом и позволяет напрямую построить зависимость водонасыщенности образцов от капиллярного давления.

### 3. Подготовка к выполнению измерений

Провести предварительную подготовку керамических мембран:

- новую мембрану насытить дистиллированной водой;

- проверить мембрану на течь;
- непосредственно перед проведением измерений насытить мембрану моделью пластовой воды.

Подготовить образцы для анализа. Для измерений используются образцы ГП, не имеющие механических погрешностей, с ненарушенной структурой. Торцевая поверхность образцов, обращенная к мембране, должна быть ровной, без шероховатостей и сколов. Образцы должны быть подготовлены к измерениям и 100% насыщены моделью пластовой воды согласно ГОСТ 26450.0.

Непосредственно перед проведением испытаний керамическая мембрана также должна быть насыщена моделью пластовой воды.

#### 4. Выполнение измерений

Перед установкой 100% насыщенных образцов на мембрану их необходимо взвесить на аналитических весах, результаты измерений записать в лабораторный рабочий Журнал с точностью до  $\pm 0,001$  г

Для более надежного капиллярного контакта между мембраной и образцами на мембрану ровно уложить пропитанную моделью пластовой воды тонкую промежуточную прослойку из фильтровальной бумаги. На прослойку пинцетом осторожно установить образцы. Сверху на образцы поставить металлические грузики с сетчатым основанием.

Закрыть крышки камер и затянуть зажимы.

Установить значения давления газа в соответствии с планом эксперимента.

Момент окончания испытания при данном значении давления определяется по прекращению выхода воды из камеры.

Открыть крышку камеры, вытащить образцы взвесить образцы и результаты взвешивания записать в лабораторный рабочий Журнал с точностью до  $\pm 0,001$  г.

После взвешивания образцы вновь установить на мембрану. Повторить процедуру испытаний при следующем значении давления.

#### 5. Обработка результатов измерений

По результатам измерений массы образца рассчитать коэффициент водонасыщенности образца при каждом значении давления по формуле:

$$K_{ei} = \frac{M_i - M_C}{M_B - M_C} \times 100\%, \quad (43)$$

где:

$K_{ei}$  - коэффициент водонасыщенности образца при капиллярном давлении  $P_{ki}$ , %;

$M_B$  - масса образца с насыщением 100%, г;

$M_i$  - масса образца при рабочем давлении в камере  $P_{ki}$ .

По полученным данным строится график зависимости коэффициента водонасыщенности  $K_v$  образца ГП от капиллярного давления  $P_{ki}$ .

## 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ВОДОНАСЫЩЕННОСТИ ПОРОВОГО ПРОСТРАНСТВА ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД В ЗАВИСИМОСТИ ОТ КАПИЛЛЯРНОГО ДАВЛЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УЛЬТРАЦЕНТРИФУГИ

Определение коэффициента водонасыщенности производится на импортном оборудовании - высокоскоростных центрифугах со стробоскопической системой контроля насыщенности образца:

- ультрацентрифуга ACES 200 совместного производства фирм «Beckman» и «CoreLab Instruments»;
- ультрацентрифуга URS-628 совместного производства фирмы «Beckman» и компании «Coretest Systems».
- Другие типы центрифуг со стробоскопической системой контроля насыщенности образца.

Выполнение измерений производится согласно руководству пользователя установками. Расчет производится в ПО, представленном изготовителями оборудования. Для выполнения измерений на каждое оборудование должна быть разработана МИ.

### 1. Подготовка к выполнению измерений

Перед началом каждого опыта проверить и при необходимости промыть и очистить испытательные стаканы, кюветы и уплотнительные кольца. Выбор кювет нужного объема проводят согласно Таблице 5, руководствуясь значениями эффективного объема пор образцов в коллекции.

**Таблица 5**  
**Параметры для подбора образцов в коллекции на определение капиллярных свойств ГП**

| № | объем кюветы, мл | начальный объем воды в кювете, мл | V пор. эфф min, мл | V пор. эфф max, мл | Kп min, % | Kп min, мД | Kп max, % | Kп max, мД |
|---|------------------|-----------------------------------|--------------------|--------------------|-----------|------------|-----------|------------|
| 1 | 2                | 0.5                               | 0.5                | 1.5                | 8         | 0.3        | 13.8      | 3.76       |
| 2 | 4                | 1                                 | 1.5                | 3                  | 13.8      | 3.76       | 19.4      | 160        |
| 3 | 6                | 1.5                               | 3                  | 4.5                | 19.4      | 160        | 22.8      | 250        |

Провести предварительный эксперимент с использованием стаканов без образцов. Перед экспериментом в каждую кювету залить определенный начальный объем воды и произвести сборку стаканов без образцов (начальные объемы воды в кюветах приведены в Таблице 6 настоящего раздела). Перед помещением стаканов в ротор необходимо сбалансировать массы стаканов, расположенных в роторе диаметрально противоположно. Разность между массами таких стаканов не должна превышать  $\pm 0,05$  г. В ходе эксперимента выполнить следующие работы:

- проверить значения задержек стробоскопического источника света для каждой частоты вращения на всех стаканах и при необходимости скорректировать их.
- при частоте вращения 630 об/мин. определить координаты начальной границы раздела «воздух - вода» для каждой кюветы.

Подготовку (экстракцию, сушку, насыщение) образцов ГП проводят согласно ГОСТ 26450.0.

## 2. Метод измерений

Лабораторный метод определения коэффициента водонасыщенности порового пространства методом центрифугирования основан на дренировании подвижного флюида из образца ГП подвергающегося воздействию давления, возникающего при вращении образца в роторе центрифуги с заданной постоянной скоростью в течение определенного времени, необходимого для стабилизации водонасыщенности образца. Вideosистема захвата изображения отслеживает в реальном времени положение (координату) мениска воды в водосборной кювете, помещенной в стакане с образцом.

По окончании цикла фиксируется изменение объема вышедшей из образца воды, и процесс повторяется при более высокой скорости вращения.

Эта процедура моделирует начальное вытеснение воды из осадочной ГП нефтью или газом и позволяет построить зависимость водонасыщенности образцов от капиллярного давления.

## 3. Выполнение измерений

Установить подготовленные образцы в центрифужные стаканы, сбалансировать вес стаканов с погрешностью, не превышающей  $\pm 0,05$  г.

Закрутить собранные стаканы в ротор. Необходимо следить, чтобы окна стаканов были ориентированы перпендикулярно поверхности пола. Затем отключить вакуум в испытательной камере центрифуги (по умолчанию он включен) и ротор со стаканами поместить в центрифугу.

Запустить программу управления центрифугой. Внести необходимые данные - параметры образцов (номер, длину, объем пор), плотность флюидов, внутренний диаметр кювет - в соответствующие поля в окне данных.

Внести в окно Sample Info, вкладка Testing, выбранные значения чисел оборотов. На вкладке Equilibrium выбрать время центрифугирования образца при каждом числе оборотов и время проверки стабилизации водонасыщенности образца, руководствуясь Таблицей 6. Начать опыт последовательным нажатием кнопок Skip Fluids Run и Start Sample Run.

**Таблица 6**  
**Время центрифугирования образцов на каждой точке в зависимости от проницаемости**

| № | Проницаемость образца<br>Кпр, мД | Время центрифугирования t, ч |
|---|----------------------------------|------------------------------|
| 1 | 0,3÷10                           | 6÷8                          |
| 2 | 10÷100                           | 4÷6                          |
| 3 | >100                             | 2÷4                          |

По окончании опыта необходимо убедиться, что все данные записаны в соответствующую папку на жесткий диск. Затем остановить центрифугу, нажав кнопку Stop на окне Sample Info (вкладка Testing), а затем кнопку Stop на окне Centrifuge Communications. Образцы вынуть из стаканов и взвесить.

Взвесить образцы и результаты взвешивания записать в лабораторный рабочий Журнал с точностью до  $\pm 0,001$  г.

#### 4. Обработка результатов измерений

Составить таблицу соответствия значений частоты вращения ротора ультрацентрифуги и координат мениска воды в водоприемной кювете. Вычислить коэффициент водонасыщенности образца для каждой частоты вращения, пользуясь формулой:

$$K_{ei} = \frac{(X_i - X_0) \cdot \alpha \cdot D^2 \cdot \pi}{4}, \quad (44)$$

где:

$X_0$  - начальная координата мениска воды в кювете, пиксел;

$X_i$  - координата мениска воды при  $i$ - том режиме центрифугирования, пиксел, соответствующем заданному значению частоты вращения ротора;

$\alpha$  - коэффициент перехода от длины в пикселях к длине в см;

$D$  - внутренний диаметр водоприемной кюветы, см.

Расчёт кривых капиллярного давления по результатам измерений средней водонасыщенности образца и частоты вращения выполняется с использованием фирменного ПО.

Для ультрацентрифуги ACES 200 это программа «PORCAP» из программного пакета «PORLAB», разработанного компанией D&B Ruth Enterprises.

Для ультрацентрифуги URC-628 это программа Centrifuge Data Analysis.

Результаты расчетов заносятся в файл в формате xls. По полученным данным строится график зависимости коэффициента водонасыщенности  $K_v$  образца ГП от капиллярного давления  $P_k$ .

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ СМАЧИВАЕМОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД-КОЛЛЕКТОРОВ

### 1. Лабораторный метод Аммота-Тульбовича

Для ГП с проницаемостью выше 10 мД применяется методика Аммота-Тульбовича (ОСТ 39-180).

ОСТ 39-180 распространяет свое действие на ГП водонефтенасыщенных частей продуктивного пласта, зоны водонефтяного контакта и устанавливает метод определения смачиваемости поверхности ГП-коллекторов нефти и газа в лабораторных условиях.

Лабораторный метод определения показателя смачиваемости предусматривает определение в лаборатории параметра, выражающего интегральную характеристику смачиваемости ГП по данным капиллярного впитывания в образец воды и керосина при атмосферных условиях и в гравитационном поле при центрифугировании. Определения смачиваемости другими методиками (по краевому углу смачиваемости, адсорбции краевому углу смачиваемости, адсорбции красителя, кривым капиллярного давления и т.д.) проводятся по специальным методикам при использовании соответствующей аппаратуры и не регламентируются настоящим документом.

#### 1.1. Общие требования к объекту испытания

Объектом испытания является образец ГП правильной геометрической формы, приготовленный из керна изучаемого пласта.

Сцементированность ГП должна быть достаточной для обеспечения сохранности формы образца при работе в жидких флюидах и центрифугировании.

Проницаемость образцов должна быть не менее 0,01 мкм<sup>2</sup>.

#### 1.2. Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие СИ и другие технические средства:

1. Центрифуга лабораторная медицинская РС-6 с ротором РУ 8\*90 с пределами регулирования температуры в рабочей камере от 0 до +30° С, изготовленная по ГОСТ 15150 или аналогичная;
2. Центрифужный стакан из капролона, эскиз которого приведен в Приложении А;
3. Весы аналитические электронные первого класса точности типа A&D HR-200 или подобные с диапазоном 0÷200 г и с приспособлением для гидростатического взвешивания;
4. Термометр лабораторный ТЛ-4 по ГОСТ 28498 или подобный;
5. Эксикатор типа 2-250 мм по ГОСТ 23932, для хранения подготовленных к измерению образцов;
6. Насос вакуумный по ГОСТ 25663;

7. Шкаф сушильный типа SNOL 180/350-1, или подобный с температурой нагрева не менее 150° С;
8. Шкаф вытяжной по ГОСТ 23308;
9. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
10. Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300;
11. Керосин технический по ТУ 38.401-58-10-01;
12. Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956;
13. Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Допускается использование другого вспомогательного оборудования, технические характеристики которого соответствуют указанным выше.

### 1.3. Метод измерений

Смачиваемость влияет на многие процессы, происходящие в ГП при их двух- или трехфазном насыщении. Количественной мерой смачиваемости, определяемой с помощью данной методики, является показатель смачиваемости М. Численное значение показателя М находится в диапазоне от 0 до 1. Значение 0 соответствует полностью гидрофобной поверхности, 1 – полностью гидрофильной.

Методика определения показателя смачиваемости ГП основана на измерении массы образца, насыщенного дистиллированной водой и керосином, до и после центрифугирования в воде и в керосине.

При решении специальных задач допускается замена керосина нефтью или её моделью, а дистиллированной воды – пластовой водой, её моделью или растворами химреагентов.

### 1.4. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

Отбор и изготовление образцов ГП осуществляют по ГОСТ 26450.0 с помощью камнерезных, вертикально- сверлильных и шлифовальных станков, обеспечивая параллельность торцов образцов. Для измерений используются образцы кубической формы с длиной ребра 20-45 мм и образцы цилиндрической формы диаметром 25-45 мм, высотой 20-60 мм, высверленные параллельно напластованию. Оптимальные размеры образцов: высота 30 мм, диаметр 30 мм, длина ребра 30-40 мм. Проницаемость образцов, отобранных для измерений, должна быть не ниже 10 мД.

Экстракция, сушка и насыщение образцов дистиллированной водой (моделью пластовой воды) производится по ГОСТ 26450.0 и ГОСТ 26450.1.

### 1.5. Выполнение измерений

Определяют массу  $m_1$  водонасыщенного образца, погруженного в дистиллированную воду, на аналитических весах.



Образец погружают в керосин на 20 часов и повторно измеряют его массу  $m_2$  в воде.

Образец помещают в центрифужный стакан с керосином и центрифугируют в течение 30 мин при факторе разделения  $A$  не менее 2500. Для получения указанного фактора разделения число оборотов центрифуги  $n$  вычисляют по следующей формуле:

$$n = \sqrt{\frac{895A}{R}}, \quad (45)$$

где:

$A$  - фактор разделения;

$R$  - расстояние от оси вращения до центра тяжести образца, см.

Для ротора РУ 8×90 центрифуги РС-6 при расстоянии от оси вращения до центра тяжести образца 11 см число оборотов центрифуги равно 4510 мин<sup>-1</sup>.

После центрифугирования образец извлекают из центрифужного стакана и взвешивают в дистиллированной воде ( $m_3$ ).

Образец погружают в дистиллированную воду на 20 часов и по истечении указанного времени, взвешивают в дистиллированной воде ( $m_4$ ).

Образец помещают в центрифужный стакан с дистиллированной водой и центрифугируют в течение 30 мин в том же режиме, как и при центрифугировании в керосине. После центрифугирования образец извлекают из центрифужного стакана и взвешивают в дистиллированной воде ( $m_5$ ).

На всех этапах испытания образцов при определении показателя смачиваемости обеспечивают равенство температур образцов; насыщающих жидкостей (дистиллированная вода, керосин), дистиллированной воды, в которой производится взвешивание, с температурой в испытательной лаборатории.

## 1.6. Обработка результатов измерений

Показатель смачиваемости рассчитывается по данным определения массы образца на разных этапах его испытания. Объем воды  $V_в$ , вытесненной керосином из 100% водонасыщенного образца, определяется по формуле:

$$V_в = \frac{m_1 - m_2}{\rho_в - \rho_к}, \quad (46)$$

где:

$m_1$  – масса 100% насыщенного дистиллированной водой образца в дистиллированной воде, г;

$m_2$  – масса образца в дистиллированной воде после противоточной капиллярной пропитки керосином (после погружения на 20 ч в керосин), г;

$\rho_в$  и  $\rho_к$  - плотности дистиллированной воды и керосина, соответственно, г/см<sup>3</sup>.

Суммарный объем воды  $V_{в\Sigma}$ , вытесненной из образца керосином после капиллярной пропитки и центрифугирования, вычисляется по формуле:

$$V_{\Sigma}^{\Sigma} = \frac{m_1 - m_3}{\rho_{\Sigma} - \rho_{\kappa}}, \quad (47)$$

где:

$m_3$  - масса образца в дистиллированной воде после центрифугирования в керосине, г;

Объем керосина  $V_{\kappa}$ , вытесненного из образца водой за счет капиллярной пропитки, равен:

$$V_{\kappa} = \frac{m_4 - m_3}{\rho_{\Sigma} - \rho_{\kappa}}, \quad (48)$$

где:

$m_4$  - масса образца в дистиллированной воде после капиллярной пропитки дистиллированной водой (выдержки его в течение 20 ч в дистиллированной воде), г;

Общий объем керосина  $V_{\Sigma}$ , вытесненного из образца дистиллированной водой при капиллярной пропитке и центрифугировании, определяется по формуле:

$$V_{\Sigma}^{\Sigma} = \frac{m_5 - m_3}{\rho_{\Sigma} - \rho_{\kappa}}, \quad (49)$$

где:

$m_5$  - масса образца в дистиллированной воде после капиллярной пропитки и центрифугирования в воде, г;

Показатель смачиваемости  $M$  является интегральной характеристикой смачиваемости внутрипоровой поверхности образца ГП и рассчитывается по формуле:

$$M = \frac{V_{\kappa}}{V_{\Sigma}^{\Sigma}} = \frac{m_4 - m_3}{m_5 - m_3}, \quad (50)$$

В зависимости от величины показателя смачиваемости  $M$  поверхность ГП характеризуют следующим образом (Таблица 7):

**Таблица 7**  
**Характеристика поверхности ГП по измеренному значению показателя смачиваемости М**

| Диапазон значений показателя смачиваемости М | Характеристика поверхности ГП |
|--|-------------------------------|
| 0,0 – 0,2                                    | Гидрофобная                   |
| 0,2 – 0,4                                    | Преимущественно гидрофобная   |
| 0,4 – 0,6                                    | Промежуточной смачиваемости   |
| 0,6 – 0,8                                    | Преимущественно гидрофильная  |
| 0,8 – 1,0                                    | Гидрофильная                  |

## 2. Лабораторный метод USBM

### 2.1. Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

При выполнении измерений применяются следующие СИ, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- Шкаф сушильный с терморегулятором и термометром до 200<sup>0</sup>С.
- Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 53228;
- Ультрацентрифуга петрофизическая с автоматическим переключением скоростей, со стробоскопическим устройством и фотокамерой, с возможностью проведения экспериментов по дренажу и пропитке;
- Стаканы лабораторные по ГОСТ 23932;
- Эксикатор по ГОСТ 25336;
- Силикагель АСК по ГОСТ 3956;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Натрий хлористый марки ХЧ по ГОСТ 4233;
- Нефть, предоставляемая заказчиком.

## 2.2. Метод измерений

Методика предусматривает определение параметра, выражающего интегральную характеристику смачиваемости ГП. Образец ГП, насыщенный остаточной водой ( $K_{во1}$ ) и нефтью, сначала центрифугируют в воде до остаточной нефтенасыщенности ( $K_{но}$ ) при нескольких частотах вращения и получают кривую капиллярного давления ( $ККД_1$ ). Затем образец с  $K_{но}$  центрифугируют в нефти до остаточной водонасыщенности ( $K_{во2}$ ) (вторичный дренаж). Соотношение площадей, ограничиваемых кривыми капиллярного давления ( $ККД$ ) вторичного дренажа в интервале от  $K_{но}$  до  $K_{во2}$  и пропитки в интервале от  $K_{во1}$  до  $K_{но}$ , является индикатором степени смачиваемости. В качестве индекса смачиваемости  $I_{ц}$  используется логарифм отношения площади под кривой вторичного дренажа к площади под кривой пропитки.

## 2.3. Требования безопасности

При выполнении определения смачиваемости поверхности образцов ГП необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности:

- Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019;
- Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004;
- Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

## 2.4. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, изучившие инструкцию по эксплуатации ультрацентрифуги, методику определения смачиваемости поверхности образцов ГП и получивших удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

## 2.5. Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление  $(84,0-106,7)$  кПа  $(630-800)$  мм рт. ст.);
- относительная влажность не более 80% при  $t=25^\circ\text{C}$ ;
- частота переменного тока  $(50 \pm 1)$  Гц;
- напряжение в сети  $(220 \pm 22)$  В.

## 2.6. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

### *Подготовка образцов*

Для определения показателя смачиваемости  $M$  используются образцы неэкстрагированного керна, отобранного с сохранением смачиваемости (изолированный керн), либо экстрагированные образцы с восстановленной смачиваемостью. Восстановление смачиваемости образцов производится посредством выдержки в нефти при пластовых температуре и давлении.

Допускается использование экстрагированных, обессоленных и высушенных образцов.

### 2.7.1. Образцы неэкстрагированного керна

2.7.1.1. Образцы неэкстрагированного керна высверливаются согласно ГОСТ 26450.0 из керна, отобранного на РУО, или изолированного керна. В качестве охлаждающего агента при высверливании используется жидкий азот. Из одного места взятия изготавливаются два образца-дублёра.

2.7.1.2. Образцы-дублёры откручиваются на ультрацентрифуге в нефти для создания остаточной водонасыщенности ( $K_{во}$ ). Один из образцов идёт на определение смачиваемости, второй – на определение водонасыщенности дистилляционно-экстракционным методом в аппарате Дина-Старка (или в аппарате Закса) и далее на определение  $K_p$  и  $K_{пр}$  по газу.

### 2.7.2. Образцы с восстановленной смачиваемостью

2.7.2.1. Для восстановления смачиваемости используются образцы, очищенные от УВ, обессоленные и высушенные согласно ГОСТ 26450.0.

2.7.2.2. На образцах определяются пористость и проницаемость по газу. Образцы насыщаются пластовой водой, или моделью пластовой воды (раствор NaCl) заданной минерализации, определяется их пористость ( $K_p$ ) и объём пор ( $V_p$ ) согласно ГОСТ 26450.1. Образцы откручиваются на ультрацентрифуге в нефти для создания остаточной водонасыщенности ( $K_{во1}$ ).

2.7.2.3. Образцы с  $K_{во1}$  и нефтью загружаются в кернодержатели, создаются давление гидрообжима ( $P_g$ ) и поровое давление ( $P_p$ ), равные соответственно горному и пластовому давлениям. Допускается создавать пониженное поровое давление, исходя из возможностей

оборудования, а давление гидрообжима задавать, исходя из условия поддержания эффективного давления (Рэф), равного пластовому.

2.7.2.4. Кернадержатели с образцами нагреваются до пластовой температуры с сохранением заданных значений Рп и Рг.

2.7.2.5. Образцы выдерживаются в кернодержателях при температуре и давлении в течение нескольких суток для восстановления смачиваемости, длительность этапа определяется свойствами керна и пластовых флюидов, и может достигать 40 суток и более. Подготовленные таким образом образцы используются для определения смачиваемости.

2.7.3. Экстрагированные образцы.

2.7.3.1. Образцы, подготавливаются согласно пп. 2.7.2.1 – 2.7.2.2 настоящего раздела.

## 2.7. Выполнение измерений

При выполнении определения смачиваемости поверхности порового пространства образцов ГП выполняют следующие операции:

2.8.1. Подготовленные к измерениям образцы, насыщенные остаточной водой и нефтью, взвешивают на аналитических весах с точностью до 0.001 г., ( $M_1$ ).

2.8.2. Подготовленные образцы откручивают в воде на ультрацентрифуге с автоматическим определением количества вытесненной жидкости при нескольких числах оборотов (но не менее шести) до остаточной нефтенасыщенности ( $K_{но}$ ). После центрифугирования образцы взвешивают на аналитических весах с точностью до 0.001 г., ( $M_2$ ).

2.8.3. Образцы с  $K_{но}$  и водой откручивают в нефти на ультрацентрифуге при нескольких числах оборотов (но не менее шести) до остаточной водонасыщенности ( $K_{во}$ ). После центрифугирования образцы взвешивают на аналитических весах с точностью до 0.001 г., ( $M_3$ ).

2.8.6. При загрузке образца в центрифугу и извлечении из неё соблюдают меры предосторожности, чтобы не допускать потери частиц твёрдой фазы.

## 2.8. Обработка результатов

2.9.1. С помощью специализированного ПО ультрацентрифуги рассчитывают количество вытесненной жидкости в приёмной пробирке при центрифугировании. На основе данных о количестве вытесненной жидкости рассчитывают водонасыщенность каждого образца:

$$K_{vi} = K_{во} + \frac{V_{ni}}{V_n} \quad - \text{для пропитки, и} \quad (51)$$

$$K_{vi} = 1 - K_{но} - \frac{V_{vi}}{V_n} \quad - \text{для вторичного дренажа} \quad (52)$$

где:

$V_{ni}$  - количество нефти, вытесненной водой из образца в приёмную пробирку в результате центрифугирования при пропитке, см<sup>3</sup>;

$V_{bi}$  - количество воды, вытесненной нефтью в результате центрифугирования образца при вторичном дренаже,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_{\Pi}$  – объём пор образца,  $\text{см}^3$ ;

2.9.2. Конечные значения водонасыщенности при пропитке (1- $K_{HO}$ ) и при вторичном дренаже ( $K_{BO}$ ) рассчитываются также по результатам взвешивания образцов.

$$1 - K_{HO} = K_{BO} + \frac{(M_2 - M_1)}{\rho_B V_{\Pi}} - \text{для пропитки} \quad (53)$$

$$K_{BO} = 1 - K_{HO} - \frac{(M_3 - M_2)}{\rho_B V_{\Pi}} - \text{для вторичного дренажа} \quad (54)$$

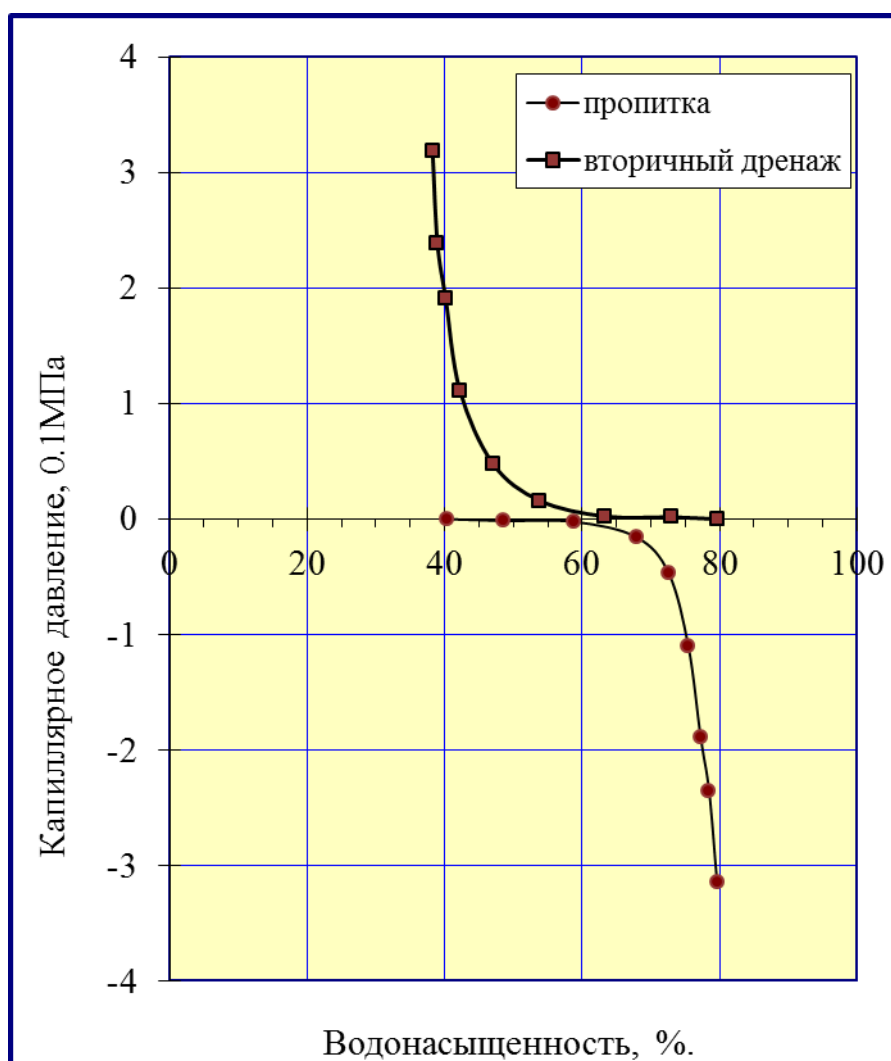
Эти значения используются для контроля величины водонасыщенности, рассчитанной по результатам определения количества вытесненной жидкости в приёмной пробирке.

2.9.3. Рассчитывают капиллярное давление ( $P_K$ ) по формуле (ОСТ 39-204):

$$P_K = 1,09 \cdot 10^{-9} \Delta \rho n^2 \left( \frac{9rl + 4l}{36} \right) \quad (55)$$

Где  $\Delta \rho = \rho_B - \rho_H$  - разность плотностей воды и нефти,  $\text{г/см}^3$ ;  
 $n$  – частота вращения ротора ультрацентрифуги,  $\text{об/мин}$ ;  
 $r$  - расстояние от оси вращения ротора до внутреннего торца образца,  $\text{см}$ ;  
 $l$  – длина образца,  $\text{см}$

2.9.4. Строят график, на котором по оси ординат откладывают значения капиллярного давления, а на оси абсцисс – значения водонасыщенности.



**Рис. 7 Кривые капиллярного давления при пропитке и вторичном дренаже при определении смачиваемости по методу USBM**

Аппроксимируют кривые капиллярного давления пропитки и вторичного дренажа аналитическими зависимостями.

2.9.5. Строят столбцы расчётных значений  $P_k$  для величин водонасыщенности, выбранных с одинаковым шагом во всём диапазоне:

- от  $K_{в01}$  до 1- $K_{но}$  – для пропитки;
- от 1- $K_{но}$  до  $K_{в02}$  – для вторичного дренажа.

Рассчитывают площадь под кривой  $P_k = f(K_v)$  для пропитки и для дренажа по формуле трапеции:

$$A_{1,2} = \sum_{i=1}^n \left[ \frac{(P_{ki} + P_{k_{i+1}})}{2} (K_{v_{i+1}} - K_{v_i}) \right] \quad (56)$$

где:

$A_1$  – площадь под кривой вторичного дренажа;

$A_2$  – площадь под кривой пропитки;

2.9.6. Рассчитывают показатель смачиваемости:

$$M = \log \frac{A_1}{A_2} \quad (57)$$

где:

$M$  - показатель смачиваемости – величина безразмерная.

2.9.7. Показатель смачиваемости  $M$  для большинства горных пород изменяется от -1 до +1, в крайне редких случаях до -5 и до +5.

Значение  $M = 0$  соответствует нейтральной смачиваемости поверхности порового пространства ГП,  $M > 0$  – гидрофильной смачиваемости,  $M < 0$  – гидрофобной смачиваемости. Увеличение абсолютного значения показателя  $I_u$  соответствует увеличению смачиваемости (в сторону гидрофильности или гидрофобности).

## 2.9. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют в Журнале по форме, приведенной в Таблице 8. Допускается ведение рабочего Журнала в электронной форме.

## 2.10. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в испытательной лаборатории предусматривает: контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля внутрилабораторной прецизионности, контроля стабильности СКО повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, погрешности).

## 2.11. Алгоритм проведения контрольной процедуры для контроля внутрилабораторной прецизионности

Образцами для контроля являются рабочие пробы.

При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного  $\bar{X}_1$  и повторного  $\bar{X}_2$ ) содержание компонента в одной и той же рабочей пробе в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры  $R_k$  рассчитывают по формуле:

$$R_k = |\bar{X}_1 - \bar{X}_2|. \quad (58)$$

При контроле внутрилабораторной прецизионности рассчитывают результат контрольной процедуры  $R_k$  в соответствии с (60), норматив контроля (предел внутрилабораторной прецизионности  $R_{\text{л}}$ ) по формуле:

$$R_{\text{л}} = 2,77 \times \sigma_{\text{Рл}}, \quad (59)$$

где:

$\sigma_{\text{Рл}}$  – значение СКО внутрилабораторной прецизионности (показатель внутрилабораторной прецизионности результатов анализа), соответствующее



содержанию компонента в пробе, найденному как среднее арифметическое значение  $\bar{\bar{X}}$  ( $\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2}$ ) результатов контрольных измерений  $\bar{X}_1$  и  $\bar{X}_2$ , используемых для получения результата контрольной процедуры  $R_k$ .

При контроле внутрилабораторной прецизионности подсчитывают в выборке  $B$  число  $h_k$  дефектных результатов контрольных процедур, т.е. результатов, для которых результат контрольной процедуры ( $R_k$ ) выходит за нормативы контроля ( $R_L$ ):

$$R_k > R_L \quad (60)$$

В соответствии с РМГ 76, полученное значение  $h_k$  сравнивают с приемочным числом  $h$ .

Если  $h_k \leq h$ , то внутрилабораторную прецизионность партии рабочих проб, полученных в течение контролируемого периода, считают удовлетворительной.

Если  $h_k \geq h'$ , то внутрилабораторную прецизионность признают неудовлетворительной и принимают меры по устранению неудовлетворительных результатов.

Таблица 8  
Журнал результатов измерений

Дата:\_\_\_\_\_ Месторождение:\_\_\_\_\_ № Скважина\_\_\_\_\_

Минер.р-ра, г/л \_\_\_\_\_ Вязкость флюида, сПз \_\_\_\_\_ Плотность флюида, г/см<sup>3</sup> \_\_\_\_\_ Поверхн.натяж.фаз \_\_\_\_\_

| № п/п | Лаб.№ образца | Масса сухого образца m, г | Масса насыщенного образца в воде m <sub>0</sub> /в воздухе m <sub>1</sub> , г | L/D, см | Масса образца  |   |   |   |  |  | Примечания |
|-------|---------------|---------------------------|---|---------|--|---|---|---|--|--|------------|
|       |               |                           |   |         | после центр. в нефти (др. до Swr) m <sub>2</sub> , г | после центр.в воде (пр.до Sor) m <sub>3</sub> , г | после самопроизв. пропитки в нефти m <sub>4</sub> , г | после центр. в нефти m <sub>5</sub> , г | после самопроизв. пропитки в воде m <sub>6</sub> , г | после центр. в воде m <sub>7</sub> , г |            |
|       |               |                           |   |         |  |   |   |   |  |  |            |
|       |               |                           |   |         |  |   |   |   |  |  |            |
|       |               |                           |   |         |  |   |   |   |  |  |            |
|       |               |                           |   |         |  |   |   |   |  |  |            |
|       |               |                           |   |         |  |   |   |   |  |  |            |
|       |               |                           |   |         |  |   |   |   |  |  |            |

Работник КНИПИ: \_\_\_\_\_

## 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД

### 1. Аппаратура, реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие СИ и другие технические средства:

- Измеритель иммитанса LCR-817 фирмы GOODWILL INSTRUMENT (Тайвань) или аналогичный, измеряющий электрическое сопротивление проводников с ионной проводимостью с погрешностью не более  $\pm 0,5$  %;
- Центрифуга лабораторная медицинская РС-6 с пределами регулирования температуры в рабочей камере от 0 до  $+30^{\circ}\text{C}$ , изготовленная по ГОСТ 15150 или аналогичная;
- Весы аналитические электронные первого класса точности типа A&D HR-200 или подобные с диапазоном  $0\div 200$  г и с приспособлением для гидростатического взвешивания;
- Термометр лабораторный с пределами измерения от  $+10$  до  $+40^{\circ}\text{C}$  по ГОСТ 28498;
- Контактный термометр типа ТК-5.05 или аналогичный;
- Эксикатор типа 2-250 мм по ГОСТ 23932, для хранения подготовленных к измерению образцов;
- Вакуумный насос по ГОСТ 25663;
- Шкаф сушильный типа SNOL 180/350-1, или подобный с температурой нагрева не менее  $150^{\circ}\text{C}$ ;
- Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- Цифровой измеритель линейных размеров (штангенциркуль цифровой S-235 PAT Pro-Max) с точностью  $\pm 0,01$  мм;
- Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Натрий хлористый, чда по ГОСТ 4233;
- Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956;
- Пинцет медицинский по ГОСТ 21241;
- Спирт этиловый технический по ГОСТ 18300.

### 2. Метод измерений

Определение удельного электрического сопротивления основано на измерении разности потенциалов двух точек, находящихся между токовыми электродами.

Свойство ГП проводить электрический ток характеризуется их удельной электропроводностью или удельным электрическим сопротивлением  $\rho_{\text{п}}$  - величиной обратной удельной электропроводности. Величина  $\rho_{\text{п}}$  измеряется в омметрах ( $\text{Ом}\times\text{м}$ ).

Большинство ГП имеют ионную проводимость. Образующие их минералы плохо проводят электрический ток, поэтому электрическая проводимость ГП в основном обусловлена проводимостью пластовой воды, заполняющей поровое пространство.

Для уменьшения поляризации электродов измерения проводят на переменном токе, обычно с частотой 1000 Гц. Весьма важным является условие повышенной стойкости электродов к окислительно-восстановительным реакциям. Наиболее доступны и достаточно устойчивы в процессе работы электроды из нержавеющей стали.

### 3. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- Отбор и изготовление образцов ГП осуществляют по ГОСТ 26450.0 с помощью камнерезных, вертикально- сверлильных и шлифовальных станков, обеспечивая параллельность торцов образцов. Допустимые отклонения размеров образцов от средних значений не должны превышать  $\pm 0,2$  мм. Для измерений используются образцы цилиндрической формы диаметром  $25 \div 45$  мм, высотой  $20 \div 60$  мм и образцы кубической формы с длиной ребра  $20 \div 45$  мм. Оптимальные размеры образцов: высота 30 мм, диаметр 30 мм, длина ребра  $30 \div 40$  мм.
- Экстракция, сушка и насыщение образцов моделью пластовой воды производится по ГОСТ 26450.0 и ГОСТ 26450.1.
- Определяют массы сухих образцов, а после насыщения - массы водонасыщенных образцов в воде.

### 4. Выполнение измерений

При проведении измерений электрического сопротивления выполняют следующие операции:

Предварительно определяют контактное сопротивление между электродами и образцом. Для этого электроды с прокладками, но без образца, прижимают друг к другу с усилием 0,3 МПа, которое контролируется манометром.

Удалив влажной фильтровальной бумагой излишки воды с поверхности насыщенного образца, определяют его массу  $m_1$  при полном насыщении в воздухе (по ГОСТ 26450.1). Сразу после этого исследуемый образец помещают в кернодержатель между электродами с прокладками из двух слоев фильтровальной бумаги, и механически обеспечивают прижим 0,3 МПа. При этом на дисплее прибора высвечивается значение суммарного сопротивления образца и электродов с прокладками  $R_{\Sigma}$ .

Моделирование частичного водонасыщения осуществляют методом центрифугирования и капилляриметрии методом полупроницаемой мембраны по ОСТ 39-204. При использовании центрифуги измерения проводят в трех режимах (Таблица 9).

**Таблица 9**  
**Режимы центрифугирования образцов ГП при моделировании частичного водонасыщения**

| Частота вращения ротора, об/мин | Время центрифугирования, мин |
|---------------------------------|------------------------------|
| 2000                            | 15                           |
| 3500                            | 40                           |
| 5000                            | 40                           |

При капилляриметрии замеры проводят на каждой ступени давления. После каждого этапа центрифугирования/капилляриметрии определяют массу образца при текущей

водонасыщенности в воздухе  $m_i$ . Параллельно определяют температуру образца  $t_i$  – для этого используется контактный термометр типа ТК–5.05. Определяют переходное сопротивление между электродами и образцом. Значения температуры  $t_i$ , массы образца  $m_i$  и сопротивлений  $R_k$  и  $R_i$  заносят в Журнал.

## 5. Обработка результатов измерений

Удельное электрическое сопротивление раствора модели пластовой воды ( $\rho_v$ ) вычисляют по формуле:

$$\rho_v = A \cdot R_{p-ra}, \quad (62)$$

где:

$A$  – коэффициент измерительной ячейки, м.

Величину  $A$  определяют предварительно на растворах с известным удельным сопротивлением.

$R_{p-ra}$  – измеренное значение сопротивления раствора модели пластовой воды, Ом.

Удельное электрическое сопротивление образцов полностью ( $\rho_{вп}$ ) или частично водонасыщенных ( $\rho_{нп}$ ) образцов в Ом×м вычисляют по формулам:

$$\rho_{вп} = K \cdot (R_{и} - R_{к1}), \quad (63)$$

$$\rho_{нп} = K \cdot (R_{иi} - R_{к2}), \quad (64)$$

где:

$K$  – геометрический коэффициент образца, м;

$R_{и}$ ,  $R_{иi}$  – измеренные величины электрического сопротивления образца при полном и частичном водонасыщении соответственно, Ом;

$R_{к1}$ ,  $R_{к2}$  – величины контактного сопротивления электродов с прокладками перед измерением полностью и частично водонасыщенных образцов соответственно, Ом.

Величину геометрического коэффициента  $K$  для образцов цилиндрической формы вычисляют по формуле:

$$K = \pi d^2 / l, \quad (65)$$

для образцов кубической формы:

$$K = l_2 \cdot l_3 / l_1, \quad (66)$$

где:

$d$  – диаметр, м;

$l$  – высота цилиндрического образца, м;

$l_1$  – длина ребра образца прямоугольной формы, которое параллельно направлению измерения, м;

$l_2$ ,  $l_3$  – длины ребер грани, перпендикулярной направлению измерения сопротивления, м.

Вычисления выполняют с точностью до  $\pm 0,1$  Ом×м.

Расчётные значения удельного электрического сопротивления образцов при 100%-м и текущем водонасыщении используют далее для нахождения относительных электрических параметров - параметра пористости ( $P_p$ ), параметра насыщения ( $P_n$ ) и параметра влажности ( $P_o$ ):

$$P_p = \rho_{вп} / \rho_v, \quad (67)$$

$$P_n = \rho_{нпi} / \rho_{вп} \quad (68)$$

$$P_o = \rho_{нпi} / \rho_v \quad (69)$$

Величины  $\rho_v$ ,  $\rho_{вп}$ ,  $\rho_{нпi}$  должны быть измерены при одинаковой температуре. В случае невыполнения этого условия величины приводятся к одной температуре расчетным путем. При небольшом изменении температуры в пределах  $15 \div 30^\circ\text{C}$  изменение удельного сопротивления полностью или частично водонасыщенных образцов ГП обусловлено зависимостью удельного сопротивления насыщающего раствора от температуры. Поэтому значение каждой из указанных выше величин может быть приведено к температуре  $20^\circ\text{C}$  по следующей формуле:

$$\rho(20) = \rho(t) \cdot (1 + 0.022 \cdot (t - 20)) \quad (70)$$

где:

$\rho(20)$ ,  $\rho(t)$  – значения вышеуказанных величин при  $20^\circ\text{C}$  и при температуре измерения  $t$  соответственно;

0,022 – среднее значение температурного коэффициента электропроводности для NaCl в диапазоне температур  $0 \div 50^\circ\text{C}$ .

Результат измерений удельного электрического сопротивления образца ГП округляют до десятых долей и представляют в виде

$$(\rho \pm \delta_x), P = 0,95, \quad (71)$$

где:

$\delta_x$  – границы допускаемой относительной погрешности измерений проницаемости;

$\rho$  – результат измерений определяемого параметра, Ом·м;

$P$  – доверительная вероятность, с которой установлены границы допускаемой относительной погрешности измерений.

*Примечание:* В случае необходимости представления погрешности измерений в абсолютной форме, значение абсолютной погрешности измерений проницаемости образца ГП вычисляют по формуле (3) и округляют до сотых долей

$$\Delta = \frac{\delta_x}{100} \cdot \rho \quad (72)$$

где:

$\Delta$  – границы абсолютной погрешности измерений проницаемости образца ГП, Ом·м.

## 11. ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОР ГОРНЫХ ПОРОД-КОЛЛЕКТОРОВ

Удельная поверхность является интегральным параметром, имеющим четкий геометрический смысл – площадь поверхности, приходящейся на единицу массы ( $S_{уд}$  в м<sup>2</sup> на 1г ГП) или единицу объема ГП ( $A_{уд}$  в м<sup>2</sup> на 1см<sup>3</sup> пустотного пространства). Сравнить между собой ГП легче по величине  $A_{уд}$ , рассчитываемой по формуле:

$$A_{уд} = S_{уд} \cdot \frac{\rho}{m} \quad (73)$$

где:

$S_{уд}$  - удельная поверхность, полученная методом БЭТ, м<sup>2</sup>/г;

$\rho$  - плотность ГП, г/см<sup>3</sup>;

$m$  - пористость, доли ед.

Поскольку в продуктивных ГП преобладают проводимые каналы, величина удельной поверхности, отнесенная к сечению объема пор  $A_{уд}$ , м<sup>2</sup>/см<sup>3</sup>, тесно коррелируется со многими петрофизическими характеристиками коллектора. С точки зрения фильтрационных явлений также более правомерно относить величину поверхности к объему, в котором эти явления протекают, т. е. характеризовать поверхность, образующую геометрию фильтрационных каналов, к объему этих каналов.

Для измерения удельной поверхности существует методы:

- экспериментальные;
- расчетные.

Точнее всего удельную поверхность любых ГП измеряют методом низкотемпературной адсорбции инертных газов. Теория этого процесса разработана в 1938 Брунауэром, Эмметом и Теллером и получила название метод БЭТ. Строгое соответствие между фильтрационными характеристиками ГП и полной удельной поверхностью маловероятно, так как в реальных ГП-коллекторах имеются тупиковые непроточные поры, которые не участвуют в фильтрации и не оказывают влияния на фильтрационные характеристики.

Значения удельной поверхности, полученные разными способами, значительно разнятся, что указывает на известную условность этой характеристики и зависимость ее величины от способа определения.

Фильтрационные способы определения удельной поверхности пористых сред базируются на фильтрации через ГП сжатых газов или жидкостей и разреженных газов в равновесном и неравновесном режимах.

На капиллярном эффекте основаны ртутная порометрия и способ вытеснения смачивающей поровое пространство ГП жидкости несмачивающей или наоборот.

К оптическим принадлежат способы иглы, случайных секущих и др. В силу недостаточной точности к практическому использованию не рекомендуются.

## 1. Определение удельной поверхности методом низкотемпературной адсорбции азота

Настоящее Приложение распространяется на углеводородсодержащие ГП, пустотность которых обусловлена наличием пор и поровых каналов в естественно консолидированных породообразующих минералах и устанавливает методы количественного определения открытой и полной пористости в лабораторных условиях.

Настоящее Приложение не распространяет свое действие на ГП, пустотность которых помимо пор обусловлена наличием каверн и трещин.

## 2. Общие требования

Регламентируемый способ позволяет оценивать полную или статическую поверхность как грубодисперсных, так и высокодисперсных ГП. Он основан на метода БЭТ, согласно которой удельная поверхность ГП определяется по S-образной изотерме адсорбции азота.

Изотерма адсорбции представляет собой зависимость числа грамм-молекул адсорбированного единицей массы ГП газа или жидкости от относительных давлений газа или пара в пространстве, содержащем образец.

## 3. Аппаратура, реактивы и материалы

Прибор для определения удельной поверхности состоит из:

- набора кювет с электропечками;
- калиброванной колбы;
- ртутного манометра;
- дифференциального манометра;
- колбы;
- ампулы;
- манометрической лампы с термопарным или ионизационным вакуумметром;
- вакуумных кранов;
- ловушки;
- соединительных трубок, форвакуумного насоса;
- искровой разрядник;
- пиццин.

Вакуумная часть прибора изготовлена из термостойкого стекла и смонтирована на металлическом каркасе.

Кюветы, включенные в две параллельно работающие линии емкостью 60—70 см<sup>3</sup> каждая, присоединяются к вакуумной части при помощи шлифов на шейках; шейки имеют отверстия для отключения кювет от линий. В кюветы помещаются образцы ГП массой  $m_{ci}$ . Калиброванная колба емкостью около 200 см<sup>3</sup> применяется для определения всех необходимых объемов системы. Объем ее до крана тщательно измеряют, и только после этого колбу монтируют в прибор. Ртутный манометр служит для измерения давления в



приборе. Вакуум в его закрытом колене возобновляется соединением колена с вакуумной линией при помощи крана. Колбочка перед краном предохраняет манометр от поломок при неосторожном обращении с прибором. Дифференциальный манометр для измерения разности давлений, возникающих после адсорбции, заполняется маслом марки Д-1 или ВМ-4 и присоединяется к системе краном. Колбочки наверху манометра имеют то же назначение, что и у ртутного манометра.

Колба емкостью около 1,5 л предназначена для хранения азота, который добавляется в систему при помощи крана, ампула с активированным углем — для определения поправки за отклонение температуры жидкого технического азота от  $-196,5^{\circ}\text{C}$ . Форвакуумный насос используется для создания в вакуумной части прибора разряжения порядка  $10^{-2}$  мм рт. ст.

Термопарная лампа ЛТ-2 с термопарным вакуумметром ВИТ-1 или ВТ-2А (или манометром Мак-Леода) служит для измерения разряжения, создаваемого вакуумным насосом. Электродвижущие силы термопарной лампы ЛТ-2, зависящие от степени разряжения в системе, измеряют прибором ВТ-2А, шкала которого проградуирована в значениях давления. От вакуумметра ВТ-2А питается также манометрическая линия.

Цилиндрические электропечки для обогрева навесок ГП соединены по 6 шт. и надеты сразу на 6 кювет; их обмотки включены последовательно. Кранами попеременно подключают линии к кюветам, насосу и измерительной системе. Кран необходим при наполнении системы азотом и впуске воздуха в кюветы во время смены изучаемых образцов.

При работе с прибором в течение нескольких часов производят вакуумирование образца; измерения  $V_i$  и  $p/p_s$  ( $i = 1, 2, \dots, 12$ ) длятся около 30 мин.

#### 4. Порядок проведения работы

1. Прибор подготавливают к работе:
  - Тщательно промывают чистым бензином или бензолом шлифы кювет и кранов, сушат и смазывают вакуумной смазкой.
  - Заполняют манометр очищенной ртутью и дифференциальный манометр - маслом.
  - Присоединяют вакуумную часть прибора к вакуумному насосу и к вакуумметру.
2. Откачивают воздух из всех частей прибора, проверяют на герметичность; места утечки газа находят при помощи искрового разрядника; течи заваривают или заклеивают пиццеином.
3. Соединяют кранами обе части манометров между собой и с вакуумной линией и ставят прибор под вакуум.
4. Отключают кюветы, поворачивая их головки так, чтобы отверстия в шлифах не совпадали с входами в измерительную систему, и наполняют колбу азотом: присоединяют резиновую трубку (другой конец ее должен быть опущен в сосуд Дьюара с жидким азотом); отключают от системы краном; подключают дифференциальный манометр; соединяют краном колена манометра; ставят одну из линий под вакуум при помощи двух кранов и осторожно приоткрывают другой кран так, чтобы азот медленно откачивался из сосуда Дьюара; при этом удалялся воздух, находившийся в резиновой трубке; откачку продолжают несколько минут; отключают насос, открывают кран, устанавливают его в среднее положение и напускают азот в колбу до того, как там установится атмосферное давление, измеряемое по ртутному манометру; закрывают краны и соединяют колена манометра;

откачивают избыток азота из закрытого колена ртутного манометра измерительной линии; ставят кран в среднее положение.

5. Измерив при помощи калиброванной колбы адсорбционные объемы системы, включают в ее работающую часть одну из кювет (например, крайнюю правую); эта кювета вместе с остальной работающей частью системы образует первый адсорбционный объем. Открывают кран и по ртутному манометру определяют результирующее давление по высоте ртутного столба; закрывают кран, и измеряют давление газа по высоте второго ртутного столба; вычисляют первый из адсорбционных объемов:

$$W_1 = V_k \frac{h_{21}}{h_{11} - h_{21}} \quad (74)$$

где:

$V_k$  - объем колбы.

6. Отключив от системы первую колбу, повторяют все названные операции, последовательно включая в работающую часть системы все остальные кюветы, и находят все адсорбционные объемы этой линии.

7. Градуировав дифференциальный манометр по ртутному манометру, определяют по обоим манометрам давление в системе и относят разность показаний ртутного манометра к соответствующей разности показаний дифференциального манометра. Средняя величина этого отношения, взятая по нескольким измерениям, является пересчетным коэффициентом  $K$  от масла к ртути. Измерения проводят в рабочем диапазоне давлений — от 50 до 250 мм рт. ст.: по дифференциальному манометру - с точностью до 1—2 мм, а по ртутному манометру — до 0,1—0,2 мм и 0,05 мм (с катетометром).

8. Определяют поправки за уменьшение давления при охлаждении газа в каждой из кювет следующим образом:

- поочередно присоединяют линии кювет к манометрам, включенным в работу;
- закрывают все остальные краны системы;
- отключают от линии все остальные кюветы, создают давление, близкое к рабочему (50—250 мм рт. ст.), открыв, а затем закрыв соединительный кран;
- погружают крайнюю правую кювету в жидкий азот так, чтобы уровень его в сосуде Дьюара находился приблизительно на середине высоты шейки кюветы (в дальнейших опытах это положение кюветы в сосуде Дьюара сохраняется).

9. По прошествии примерно 10—15 мин, когда положение уровней дифференциального манометра установится, отсчитывают второе показание  $h_{m2}$  дифференциального масляного манометра (в мм масл. ст.) и  $h_{p1}$  ртутного манометра (в мм рт. ст.); вычисляют изменение  $\Delta h_M = h_{M1} - h_{M2}$  давления в мм масл. ст. по шкале дифференциального манометра; рассчитывают поправочный коэффициент  $K_1 = \Delta h_{M1} / (h_{p1} \cdot k)$ . Повторяют операции при нескольких других давлениях азота и рассчитывают для каждого значения коэффициента  $K_1$ . Вычисляют среднее арифметическое из полученных значений  $K_{1i}$

10. На аналитических весах берут навески высушенных до постоянной массы кусочков исследуемых ГП. Образцы ГП с массами  $m_{ci}$  должны иметь в отдельности значения

суммарной поверхности в пределах от 5 до 100 м<sup>2</sup> (принимая во внимание точность измерения и высоту рабочей части шкалы дифференциального манометра).

11. Образцы ГП помещают в кюветы. Кюветы включают в систему и производят их вакуумирование в условиях обогрева при температуре примерно 200° С. Для этого на станине прибора на линии кювет установлены электропечи. Включают вакуумнасос и электрообогрев, доводят разрежение до 10-2 мм рт. ст. по термопарному вакуумметру (или манометру Мак-Леода). Затем насос и обогрев выключают.

12. Остужают кюветы до комнатной температуры так, чтобы вакуумные колена были перекрыты, а измерительные соединены с системой.

13. Добавляют азот до давления в системе порядка 150—250 мм рт. ст.

14. Отключают все кюветы за исключением одной от линии (поворотом их шеек в шлифе); отсчитывают показание hM1 дифференциального манометра.

15. Помещают кювету в сосуд Дьюара с жидким азотом в таком же положении, как и при определении поправок за охлаждение.

16. Через 10—20 мин по достижении стационарного положения уровней масла в манометре отсчитывают и записывают показания hr2 ртутного и hM2 дифференциального манометров.

17. Рассчитывают удельную поверхность по формуле

$$S_m = \frac{A_i(\Delta p - K_i p)}{am_c} \quad (75)$$

где:

$$A_i = 4,4 \frac{W_i K^*}{(1 - t/273)760} \text{ — постоянная для данного } i \text{ объема системы.}$$

Современному уровню теории и практики измерения удельной поверхности методом БЭТ более всего отвечают лабораторные установки SORPTOMATIC фирмы CARLO ERBA (Италия) или аналогичные. Установки позволяют достичь высокой точности измерений за счет тщательного термостатирования и наличия системы поддержания постоянного уровня жидкого азота, в которой помещается бюретка с изучаемым образцом. Перед каждым опытом производят эталонирование бюретки гелием, что полностью исключает влияние «мертвых» объемов. Управление экспериментом и обработку результатов производят на персональном компьютере.

Допустимым является также определение удельной поверхности пор другими адсорбционными способами, например, способом адсорбции паров и газов или динамическим способом адсорбции молекул вещества из его раствора, а также способом Козени — Кармана, основанном на Пуазейловском режиме течения газа через образцы изучаемых ГП, или способом Дерягина (стандартная фильтрация разреженного воздуха).

## 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ (СКОРОСТИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ УПРУГИХ ВОЛН) В ОБРАЗЦАХ ГОРНЫХ ПОРОД

Изучение упругих свойств ГП по наблюдениям за процессом последовательного распространения в них деформаций, вызываемых упругой волной, по керну нефтяных и газовых скважин осуществляют с целью петрофизического обеспечения интерпретации акустических методов ГИС.

### 1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют СИ и технические устройства, приведенные в Таблице 10.

*Примечание: СИ и технические устройства 1 - 5 (Таблица 10) являются основными составляющими элементами установки по определению скоростей продольных и поперечных волн в образцах ГП при моделировании термобарических условий пласта.*

**Таблица 10**  
**Средства измерений и вспомогательные устройства**

| Наименование СИ, технического устройства  | Технические характеристики  | Наименование измеряемой величины   |
|---|---|--|
| 1 Блок, моделирующий пластовые условия TNK AutoLab-1500 или аналогичный   | (0-700) кгс/см <sup>2</sup><br>(25-110) °С                                | давление<br>температура  |
| 2 Импульсный ультразвуковой генератор /приемник TNK AutoLab-1500 или аналогичный                                      | (0-900) В, ± 5%<br>(5-10000) Гц   | Амплитуда импульса<br>частота  |
| 3 Ультразвуковой преобразователь продольной и поперечной волны (акустический датчик) TNK AutoLab-1500 или аналогичный | (0-900) В<br>Для продольной Р-волны<br>(0-200) В<br>Для поперечных S-волн | Амплитуда импульса<br>Частота<br><br>Амплитуда импульса<br>частота       |
| 4 Цифровой запоминающий осциллограф TDS 3012B или аналогичный   | (0-100) МГц<br>(1-20000) мВ/дел<br><br>(0.2-500000) мкс/дел               | Частота<br>Коэффициент вертикального отклонения<br>Коэффициент развертки |
| 5 Цифровой задающий генератор синхронизирующих импульсов Agilent 33220A или аналогичный                               | (0-200) МГц<br>(0.1-500000) мкс   | Частота<br>Временной интервал  |
| 6 Регулятор температуры   | От минус 100 °С до  | Температура  |

| Наименование СИ, технического устройства                      | Технические характеристики            | Наименование измеряемой величины |
|---|---------------------------------------|----------------------------------|
|   | плюс 400 °С                           |                                  |
| 7 Штангенциркуль цифровой                                     | (0-150) мм<br>$\Delta = \pm 0.005$ мм | Геометрические размеры           |
| 8 Контрольные образцы металлические и из органического стекла | Длина 50.00 мм<br>Диаметр 30.00 мм    | Длина образца<br>Диаметр образца |

## 2. Методы измерений

Измерение акустических характеристик ГП основано на способности твердого тела, проводить звуковые продольные и поперечные волны, возбуждаемые внешним источником колебаний.

Сущность методики заключается в измерении времени прохождения упругих ультразвуковых импульсов продольных и поперечных колебаний по образцу ГП и определении скоростей распространения продольных и поперечных волн согласно алгоритму, изложенному в ГОСТ 21153.7.

Характеристики звуковой волны, распространяющейся через образец, связаны с его плотностью и упругими свойствами. В частности, по времени прохождения поперечной и продольной волны можно определить упругие константы твердого тела, такие как модуль Юнга, коэффициент Пуассона, модуль сдвига и модуль объемной сжимаемости.

## 3. Подготовка к выполнению измерений

Отбор, изготовление и насыщение пластовым флюидом образцов ГП осуществляют по ГОСТ 26450.0, ГОСТ 21153.0, ГОСТ 26450.1. С помощью камнерезных, вертикально-сверлильных и шлифовальных станков, обеспечивая параллельность торцов образцов. Допустимые отклонения размеров образцов от их средних значений не должны превышать  $\pm 0,2$  мм. Для измерений используются образцы цилиндрической формы диаметром 30÷45 мм, высотой 30÷50 мм.

Оптимальные размеры образцов: высота 30 мм, диаметр 30 мм.

Для акустических измерений торцы образцов должны быть шлифованы и параллельны друг другу с точностью не менее  $\pm 10^{-3}$  мм/мм.

Для обеспечения прохождения поперечных волн на торцы датчика должна быть нанесена специальная смазка (поставляется вместе с оборудованием).

Герметизация образцов от жидкости обжима производится с помощью эластичной манжеты. Материал манжеты должен выбираться в зависимости от предполагаемой температуры эксперимента. До 105°С градусов Цельсия допускается использование резиновых манжет. Свыше 105°С градусов Цельсия следует применять манжеты из витона.

Образцы для измерения акустических характеристик, должны быть предварительно насыщены пластовым флюидом с той же минерализацией, что и ГП в пластовых условиях.

Перед проведением эксперимента, необходимо определить пористость по газу и воде, а также минералогическую и объемную плотность образцов.

Подготовка к работе аппаратуры фирмы «New England Research. Inc», осуществляется согласно: техническому описанию, инструкции по эксплуатации и руководству по применению программного обеспечения установки AutoLab-1500, на других установках согласно их документации.

#### **4. Выполнение измерений**

Произвести заполнение гидравлической системы рабочими жидкостями.

Образец помещают в трубчатую резиновую манжету, длина, которой не должна превышать суммарную длину образца и длину концевых частей акустического блока. Образец и обе части акустического блока плотно сжать относительно друг друга, резиновую манжету обжать по боковым поверхностям блока хомутами или мягкой проволокой.

Поместить датчик с образцом на нижнее, подвижное основание кернодержателя. Соединить электрические разъемы датчика, с соответствующими разъемами на нижнем основании кернодержателя. Перед подъемом порового давления, прокачать подводящие линии, таким образом, чтобы жидкость порового флюида появилась на выходном торце образца. После этого выход из образца следует закрыть заглушкой.

Включить двигатель лифта кернодержателя. Поднять основание кернодержателя с закрепленным на нем акустическим блоком и образцом ГП до срабатывания концевого выключателя лифта. Вкрутить основание кернодержателя в его верхнюю часть, используя весь ход силовой резьбы нижнего основания.

Включить управляющий компьютер установки.

Запустить управляющую программу системы AutoLab-1500. В программе выбрать тип эксперимента «Velocity» (скорость) и один из типов упругих свойств, например «Elastic Properties» (упругие свойства). Ввести все необходимые данные по образцу и типу используемого акустического датчика. Значение усиления приемника и энергия возбуждающего импульса, вводимые в окно программы, должны соответствовать значениям на приборной панели установки.

Установить требуемое горное и поровое давление. Сначала поднимаем горное давление, затем поровое. Поровое давление должно быть меньше всестороннего (горного) давления на величину не менее 1,5МПа. Давление можно поднимать либо в ручном режиме, либо управляя установкой из программы AutoLab-1500.

После того как система достигнет равновесия, нажать кнопку «Capture» (захват) в окне «Commander». При этом в окне «Velocity Acquisition Viewer» появятся трассы акустических сигналов, соответствующие одной продольной и двум поперечным волнам. Для сохранения, полученных значений, нажать кнопку «Accept» (принять).

Для измерения акустического сигнала при последующих значениях давлений, нажать кнопку «Hold» (удерживать). Выставить «бегунками» значения давлений и время линейного роста давления «Ramp Time». Нажать кнопку «Send» (послать) в окне управляющей программы. Повторить действия, описанные в предыдущем абзаце.



Окончание измерений. Перевести регуляторы давлений в программе на нулевые значения. Нажать кнопку «Send». После достижения нулевого давления, перевести панель управления в ручной режим. Заблокировать сервоусилители нажав кнопку «AXIAL UNLOC» устройства «INTENSIFIER LOC» на электронной панели управления.

Для завершения измерений выйти из управляющей программы. В случае проведения измерений при повышенной температуре дождаться остывания сосуда высокого давления до комнатной температуры. Слить рабочие жидкости из напорных магистралей и кернодержателя.

## 5. Обработка акустического сигнала, корректировка трасс

Для обработки полученных трасс продольной и двух поперечных волн, в главном окне программы, открыть «File Browser» (браузер файлов), выбрать имя нужного файла и щелкнуть на кнопку «Process Traces». Появится графическое окно «Arrival Picker» (выбор вступления трассы) В окне «Arrival Picker» выбрать точки первого вступления для трассы каждого типа волн. Для этого, последовательно выбрать тип волны P, S1 или S2 и отметить курсором мыши все первые вступления для всех зарегистрированных в ходе эксперимента трасс.

Для сохранения выбора первого вступления нажать кнопку «Save Changes» (сохранить изменения). Перейти к следующему типу волны и повторить выбор первого вступления для всех зарегистрированных трасс.

Для более точного определения первого вступления, следует воспользоваться опцией «Zoom» (крупный план).

После обработки вручную всех типов волн, провести процедуру улучшения качества отбора, используя алгоритм подгонки формы волны.

Последовательно откорректировать трассы для продольных и поперечных волн.

Сохранить результаты обработки. Результаты измерений занести в рабочий Журнал.

По полученным значениям скоростей продольных и поперечных волн и объемной плотности, насыщенных образцов, вычислить коэффициенты упругой деформации по следующим формулам:

- Модуль Юнга

$$E = 10^{-10} \rho_{\text{вно}} V_s^2 (3V_p^2 - 4V_s^2) / (V_p^2 - V_s^2) \quad (10^4 \text{ МПа}) \quad (76)$$

- Коэффициент Пуассона -

$$\mu = \frac{\left( \frac{V_p^2}{V_s^2} - 2 \right)}{2 \left( \frac{V_p^2}{V_s^2} - 1 \right)} \quad (77)$$

- Модуль сдвига -

$$\gamma = 10^{-10} \cdot \rho_{\text{вно}} V_s^2 \quad (10^4 \text{ МПа}) \quad (78)$$

- Модуль объемной сжимаемости

$$\beta = 3 \frac{(1 - 2\mu)}{E} \quad (10^{-4} \text{ МПа}^{-1}) \quad (79)$$

где:

$\rho_{\text{вн}} -$  плотность 100% водонасыщенных образцов ГП;

$V_p -$  скорость продольной акустической волны;

$V_s -$  усредненная по двум направлениям поперечная скорость акустической волны.



## 13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОНИЦАЕМОСТИ ПО ВОДЕ

### 1. Общие требования

Объектом испытания является единичный образец ГП правильной геометрической формы, приготовленный из керна изучаемого пласта и ориентированный параллельно напластованию. При определении проницаемости по воде на цилиндрических образцах, их диаметр должен быть меньше, либо равен высоте. При испытаниях на кубических образцах ГП, не допускается фильтрация воды в направлении вдоль наименьшей по длине грани.

При малой анизотропии ГП (при различии значений газопроницаемости по напластованию и перпендикулярно напластованию менее чем в 1,5 раза) допускается применять единичный образец, ориентированный перпендикулярно напластованию, т.е. при использовании керна целиком или после его обточки.

Процесс испытания заключается в осуществлении стационарной фильтрации пластовой воды (модели пластовой воды, воды системы ППД, либо проектируемой к заводнению) через исследуемый образец при условиях максимально приближенных к пластовым.

Условия испытания должны обеспечивать сохранение или воспроизведение естественных физико-химических характеристик системы ГП - пластовые флюиды, поддержание в процессе эксперимента значений температуры и давления, соответствующих пластовым.

### 2. Материалы и оборудование

При подготовке и проведении испытания по определению проницаемости при стационарной фильтрации воды используют следующие материалы:

- азот в баллонах А-І50;
- бензол чда, хч;
- вода дистиллированная;
- спирт этиловый;
- толуол чда;
- кальций хлористый безводный хч;
- хлороформ;
- четыреххлористый углерод чда, хч;
- эфир петролейный;
- натрий хлористый хч.

При подготовке и проведении испытания по определению проницаемости при стационарной фильтрации воды используют следующее оборудование:

- аппарат Сокслета;
- сатуратор для насыщения образцов жидкостью под вакуумом с отдельной откачкой воздуха из керна и воды, с нижней, контролируемой подачей воды;
- конфорка к электроплитке типа ЭШ-1;

- шкаф вытяжной;
- эксикатор типа Э;
- манометры образцовые;
- манометры дифференциальные;
- набор ареометров;
- вискозиметр пластовой электромагнитный, типа EV 1000 VINCI или аналогичный;
- плотномер пластовой, типа Anton Paar DMA HPM или аналогичный;
- штангенциркуль;
- трубки из нержавеющей стали диаметром 1/8 дюйма капиллярные;
- насос вакуумный;
- весы аналитические, рассчитанные на взвешивание навесок до 200 г, обеспечивающие точность взвешивания до 0,001 г
- шкаф термо-крио-статируемый суховоздушный с принудительной вентиляцией, термостатирование от +3 °С до +150 °С с точностью 0,1 °С;
- шланг резиновый, вакуумный;
- шкаф сушильный с контактным термометром, обеспечивающим установку температуры в пределах от +30 °С до +115 °С с точностью 2 °С.

Допускается использование других СИ, если по точности и пределам измерений они не ниже указанных.

При компоновке установки для определения проницаемостей для воды являются обязательными следующие узлы:

- Механическая система насосов, обеспечивающая подачу жидкости в образец при пластовом давлении при расходе от 0,0001 до 20 мл/мин.
- Кернодержатель, предназначенный для компоновки образца ГП в резиновой манжете, должен обеспечивать надежное уплотнение торцевых плунжеров к торцам цилиндрических образцов, поддержание всестороннего давления обжима и ввод-вывод воды из образца. Замер перепада давления производится с торцевых поверхностей образца, посредством отдельных отверстий в торцевых прижимных плунжерах кернадержателя и трубопроводов-капилляров в процессе испытания. Кернодержатель должен быть рассчитан на рабочее давление и температуру, соответствующие пластовым условиям данного объекта разработки (изучаемого пласта), и изготовлен из коррозионностойких сплавов. Кернодержатель при измерениях должен располагаться горизонтально.
- Контейнеры жидкостные из коррозионностойких сплавов, предназначенные для воды (различных типов), оборудованные вентилями и разделительными поршнями, рассчитанные на рабочее давление и температуру.
- Для создания противодействия на выходном конце образца допускается установка регулятора давления либо насоса, работающего в реверсивном режиме поддержания постоянного расхода либо постоянного давления на выходе. Для поддержания постоянного давления на выходе из керна, допускается использование системы с гидроаккумулятором емкостью не менее 2 дм<sup>3</sup>;

- Шкаф термо-крио-статируемый суховоздушный с принудительной вентиляцией, термостатирование от +3 °С до +150 °С с точностью 0,1 °С, в котором размещают кернодержатель, контейнеры с водой, и при возможности часть рабочих цилиндров насосов.

### 3. Подготовка образца к испытанию

В качестве воды подлежащей для тестирования, применяют пластовую, воду отобранную с объекта исследования, растворы, солевой состав которых аналогичен составу пластовой воды, либо раствор NaCl или CaCl<sub>2</sub> в зависимости от преобладающих ионов в воде. Пластовую воду тщательно перемешивают в сосуде хранения и перед заливкой в контейнер фильтруют. Вязкость воды (вод) определяют при температуре и давлении, при которых будет определяться проницаемость.

Отдельные цилиндрические образцы, высверленные из керна, отобранного из продуктивного пласта, экстрагируют соответственным образом подобранными экстрагентами: спирто-бензольной смесью в соотношении компонентов 1:3, четыреххлористым углеродом, хлороформом или другими растворителями до полного удаления УВ. Окончание экстракции определяют по отсутствию окраски растворителя через 12-16 часов после прекращения нагревания аппарата Сокслета.

Внимание! Не допускается применение экстрагентов, реагирующих с породообразующими минералами и цементирующим веществом.

При высокой минерализации пластовой (остаточной) воды образцы ГП, не содержащие водорастворимые и набухающие минералы, промывают дистиллированной водой в аппаратах Сокслета. Образцы ГП, содержащие водорастворимые или набухающие минералы, подготавливают по специальной МИ с учетом специфики состава.

Промытые образцы сушат до постоянной массы (с точностью 0,001 г) в сушильном шкафу при температуре от +102°С до +105°С. Образцы сильноглинистых (например, полимиктовых) ГП, содержащих более 30% глинистых минералов, сушат при температуре не более +80°С. Для ускорения сушки допускается использование вакуумного сушильного шкафа. Высушенные образцы до проведения эксперимента хранят в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием.

С помощью вакуумного насоса и сатуратора насыщают образцы пластовой водой.

Помещают образец керна в кернодержатель и прокачивают через него пластовую воду из контейнера до стабильного (безгазового) потока на выходе из керна при атмосферном давлении. Затем продолжают подачу воды, поднимая и поддерживая давление равное пластовому, прокачивая через образец воду в количестве 2-3 объемов пор. Подключив дифференциальный манометр, замеряют проницаемость для воды.

По завершении подготовительных операций образец и контейнеры с рабочими жидкостями выдерживают в течение 16-24 часов при температуре и давлении, соответствующих пластовым.

Основные характеристики образца (ФЕС, данные по геологии, литологии, минералогии) заносят в таблицу.

#### 4. Порядок проведения испытания при стационарной фильтрации

Эксперимент по определению проницаемости для воды проводят при рабочем давлении, максимально приближенном к пластовому, но величина рабочего давления должна не менее, чем в 10 раз превышать величину перепада давления на образце.

Определение проницаемости по воде проводят на нескольких режимах с различной объемной скоростью фильтрации (4÷8 режимов в зависимости от газопроницаемости).

Каждый режим фильтрации продолжают до достижения стационарного (установившегося) состояния, фиксируемого по стабилизации показаний дифференциального манометра ( $\Delta P = idem$ ). В рабочем Журнале фиксируют параметры эксперимента (расход воды и величину установившегося перепада давления).

#### 5. Обработка результатов испытания

Величины проницаемости для воды рассчитывают по формуле:

$$K_{Bi} = \frac{Q_{Bi} \mu_B l}{\Delta P_i F} \quad (80)$$

где:

$K_{Bi}$  - проницаемость для воды  $i$ -того режима, мкм<sup>2</sup>;

$Q_{Bi}$  - расход воды в условиях эксперимента, см<sup>3</sup>/с ;

$\mu_{Bi}$  - вязкость воды при условиях эксперимента, мПа\*с ;

$\Delta P_i$  - перепад давления на  $i$ -том режиме, 10<sup>5</sup> Па ;

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

$l$  - длина образца, на котором измеряется перепад давления, см .

#### 6. Требования к точности измерений

При определении проницаемости по воде допускается относительная погрешность 7,5%.

Относительную погрешность  $\frac{\delta K}{K}$  складывают из относительных ошибок экспериментального определения всех величин, входящих в расчетную формулу:

$$\frac{\delta K}{K} = \frac{\delta V}{V} + \frac{\delta t}{t} + \frac{\delta \mu}{\mu} + \frac{\delta l}{l} + \frac{\delta F}{F} + \frac{\delta \Delta P}{\Delta P} \leq 0,075 \quad (81)$$

Величину погрешности определения объема считают по формуле:

$$\frac{\delta V}{V} = 0,005 \quad (82)$$

Погрешность определения времени определяют по формуле:

$$\frac{\delta t}{t} = 0,001 \quad (83)$$

Погрешность определения вязкости определяют по формуле:

$$\frac{\delta\mu}{\mu} = 0,01 \quad (84)$$

Суммарную погрешность определения размеров образца определяют по формуле:

$$\frac{\delta l}{l} + \frac{\delta F}{F} = 3 \frac{\delta l}{l} = 0,01 \quad (85)$$

Погрешность перепада давления должна быть не более:

$$\frac{\delta\Delta P}{\Delta P} = 0,05 - 0,005 - 0,001 - 0,01 - 0,01 = 0,024 \text{ или } 2,4\% \quad (86)$$