

На правах рукописи



ШУМСКАЙТЕ Мария Ионовна

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕТРОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ
ПЕСЧАНО-ГЛИНИСТЫХ ОБРАЗЦОВ КЕРНА И
ТИПИЗАЦИЯ ПЛАСТОВЫХ ФЛЮИДОВ
МЕТОДОМ ЯМР-РЕЛАКСОМЕТРИИ**

25.00.10 – геофизика, геофизические методы
поисков полезных ископаемых

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука Сибирского отделения Российской академии наук (ИНГГ СО РАН).

Научный руководитель:

Глинских Вячеслав Николаевич,
доктор физико-математических наук, доцент.

Официальные оппоненты:

Топорков Владимир Георгиевич, доктор геолого-минералогических наук, главный геолог ООО «Арктик-ГЕРС»;

Шушаков Олег Алексеевич, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Института химической кинетики и горения им. В.В. Воеводского СО РАН.

Ведущая организация:

ООО «ЛУКОЙЛ-Инжиниринг» (филиал ООО «ЛУКОЙЛ-Инжиниринг» «ЖогалымНИПИнефть» в г. Тюмени)

Защита состоится 19 октября 2017 года в 10 часов на заседании диссертационного совета Д 003.068.03, созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука Сибирского отделения Российской академии наук, в конференц-зале.

Отзывы в двух экземплярах, оформленные в соответствии с требованиями Минобрнауки России, просим направлять по адресу:
630090, г. Новосибирск, пр-т. Ак. Коптюга, 3;
факс: (383) 330-28-07;
e-mail: NevedrovaNN@ipgg.sbras.ru.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте ИНГГ СО РАН:
<http://www.ipgg.sbras.ru/ru/education/commettee/Shumskayte2017>.

Автореферат разослан 30 августа 2017 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета,
д.г.-м.н., доцент



Неведрова
Нина Николаевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Объект исследования – песчано-алеврито-глинистые образцы керна, порошки сферических кварцевых гранул, криогели, кондиционированные ими грунтовые композиты и образцы пластовых флюидов на предмет установления связи их времени поперечной релаксации с фильтрационно-ёмкостными свойствами, компонентным составом и типом пластовых флюидов.

Актуальность исследования

Начиная с 90-х годов XX века импульсная ядерно-магнитная резонансная релаксометрия (ЯМР-релаксометрия) получила широкое распространение как один из эффективных методов лабораторного исследования петрофизических характеристик пород-коллекторов и физико-химических свойств насыщающих их флюидов. ЯМР-метод хорошо зарекомендовал себя при изучении традиционных коллекторов, характеризующихся низким содержанием глинистой фракции. В последнее время в разработку и эксплуатацию месторождений вовлекаются коллекторы с более сложной структурой, обусловленной повышенным содержанием глинистого вещества. Как известно, количество и тип глинистых минералов оказывают существенное влияние на ЯМР-сигнал, что приводит к погрешности результатов интерпретации измерений. До сих пор не существует однозначного способа оценки и учёта влияния глинистости на ЯМР-сигнал, что обуславливает необходимость развития ЯМР-исследований пород-коллекторов с учётом осложняющих факторов и выявления связи ЯМР-характеристик с количеством и типом глинистых минералов.

В последние годы, кроме горных пород с естественной пористостью, особый интерес вызывают искусственные пористые среды, такие как порошки кварцевых гранул и их смесь с глиной, являющиеся реалистичной моделью образца керна. С помощью ЯМР-релаксометрии можно объяснить данные других лабораторных методов, например, диэлектрической спектроскопии и резистивиметрии. В новых технологиях, применяемых при строительстве в условиях Крайнего Севера, используются криогели для укрепления сооружений с целью предотвращения разрушения конструкций. При этом необходимо знать распределение криогеля в грунте и структурные особенности грунтовых композитов на их основе. Получить эту информацию стандартными петрофизическими методами зачастую не удаётся, ЯМР-метод позволяет установить изменение структуры порового пространства грунтовых композитов при циклическом замораживании/оттаивании.

Для типизации пластовых флюидов необходимо знать их фракционный состав и тип выносимой жидкости для предотвращения процессов обводнения и разрушения скважины. На этапе получения первичной информации о пластовых флюидах метод ЯМР-релаксометрии даёт возможность определять их компонентный состав и свойства.

Таким образом, актуальность исследования определяется необходимостью

повышения достоверности определения петрофизических характеристик пород-коллекторов, поиска новых методов и подходов к изучению модельных образцов, а также оперативной диагностики пластовых флюидов с последующей их типизацией.

Цель исследования – расширение области применения лабораторного метода ЯМР-релаксометрии и повышение достоверности определения фильтрационно-ёмкостных свойств, компонентного состава и типизации пластовых флюидов путём установления их связи со временем поперечной релаксации заглинизированных и модельных образцов керна пород-коллекторов и нефтесодержащих пластовых флюидов.

Научные задачи

1. Определить петрофизические параметры заглинизированных песчано-алевритовых образцов керна, порошков сферических кварцевых гранул и грунтовых композитов, кондиционированных криогелем, методом ЯМР-релаксометрии.

2. Выполнить типизацию жидкостей, выносимых из газовых скважин, и нефтесодержащих пластовых флюидов по зависимости времени поперечной релаксации от их ионно-солевого и компонентного состава.

Фактический материал и методы исследования

В основу диссертационной работы положены исследования, проведённые соискателем в Институте геофизики им. Ю.П. Булашевича УрО РАН (2009-2012 гг.) и в Институте нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН (2012-2017 гг.). Обработан, проанализирован и обобщён фактический материал стандартных петрофизических, гидрохимических и ЯМР-исследований более 1200 образцов керна, представленных нижнемеловыми песчаниками и алевролитами, и 100 нефтесодержащих флюидов с месторождений Восточной и Западной Сибири. Проведена интерпретация релаксационных кривых порошков сферических кварцевых гранул разного радиуса и грунтовых композитов, кондиционированных криогелями разного состава.

Измерения выполняются на релаксометре «МСТ-05», разработанном в Институте геофизики УрО РАН, (г. Екатеринбург). Основные методы исследования – импульсная ЯМР-релаксометрия, корреляционно-регрессионный анализ эмпирических данных и сравнительный анализ с результатами стандартных лабораторных исследований, включая капилляриметрию, рентгеноструктурный и гранулометрический анализ, тепловую десорбцию, диэлектрическую спектроскопию, резистивиметрию, жидкостную хроматографию и гидрохимический анализ.

Защищаемые научные результаты

1. Установлено граничное время поперечной релаксации для разделения образцов керна с преобладающим содержанием каолинита или хлорита, определена поверхностная релаксивность для разных литологических типов пород, по которой рассчитана их удельная поверхность.

2. По результатам лабораторных экспериментов установлена связь времени поперечной релаксации и радиуса кварцевых гранул в зависимости от содержания глины и показано, что основные изменения в грунтовых композитах, кондиционированных криогелем, происходят при первом цикле замораживания/оттаивания.

3. Методом ЯМР-релаксометрии выполнена типизация жидкостей, выносимых из газовых скважин, на основе подтвержденной зависимости скорости релаксации от концентрации парамагнитных ионов металлов и определено время поперечной релаксации для разделения ароматических и насыщенных углеводородов в составе нефтесодержащих флюидов.

Научная новизна

1. По результатам исследования песчано-алеврито-глинистых образцов керна методом ЯМР-релаксометрии:

- установлено граничное время поперечной релаксации 10 мс для разделения образцов керна с преобладающим содержанием каолинита и хлорита;
- выполнена оценка значений поверхностной релаксивности для разных литологических типов пород для расчёта удельной поверхности и распределения пор по размерам из распределения по временам поперечной релаксации.

2. По ЯМР-характеристикам получена уникальная информация о структуре порового пространства порошков сферических кварцевых гранул и грунтовых композитов, кондиционированных криогелем:

- рассчитана поверхностная релаксивность порошков сферических кварцевых гранул в зависимости от их радиуса, по которой определены размеры образуемых пор и установлен характер заполнения порового пространства;
- определена зависимость ЯМР-пористости и времени поперечной релаксации криогелей и кондиционированных ими грунтовых композитов от температуры, указывающая на основные изменения в структуре порового пространства при первом цикле замораживания/оттаивания.

3. Применительно к изучению физико-химических свойств нефтесодержащих пластовых флюидов методом ЯМР-релаксометрии:

- выполнена экспресс-типизация жидкостей, выносимых из газовых скважин, по зависимости времени поперечной релаксации от концентрации парамагнитных включений и ионно-солевого состава;
- определено граничное время поперечной релаксации для разделения ароматических и насыщенных углеводородов в составе исследуемых образцов нефтесодержащих флюидов в зависимости от содержания смолисто-асфальтеновых соединений.

Личный вклад соискателя состоит в проведении экспериментальных исследований образцов керна, порошков сферических кварцевых гранул, грунтовых композитов, кондиционированных криогелем, и нефтесодержащих пластовых флюидов методами ЯМР-релаксометрии, капилляриметрии и диэлектрической спектроскопии. Соискателем выполнена обработка и интерпретация

полученных данных, сделаны выводы, сформулированы научные результаты диссертационной работы, подготовлены публикации по теме диссертации, сделаны устные доклады на научных конференциях.

Теоретическая и практическая значимость

Результаты анализа связи ЯМР-характеристик с количеством и типом глинистых минералов и размером кварцевых гранул позволяют рассчитать поверхностную релаксивность, характеризующую процессы на границе раздела порода-флюид. Поскольку процесс измерения ЯМР-сигнала в скважинных и лабораторных приборах одинаков, полученная поверхностная релаксивность может применяться к изучению горных пород в пластовых условиях без дополнительной калибровки. Полученная зависимость времени поперечной релаксации от радиуса кварцевых гранул и содержания глины в них даёт возможность повысить достоверность определения фильтрационно-ёмкостных свойств пород-коллекторов методом ЯМР-релаксометрии.

Анализ зависимости времени поперечной релаксации от температуры образцов грунтовых композитов, кондиционированных криогелем, показывает изменение структуры их порового пространства при циклическом замораживании/оттаивании, обуславливая возможности применения метода ЯМР при изучении грунтовых композитов для практического применения при строительстве зданий и сооружений в условиях Крайнего Севера.

Результатом ЯМР-изучения пластовых флюидов является их своевременная диагностика на основе подтверждённой связи времени поперечной релаксации с ионно-солевым и микрокомпонентным составом жидкостей. При эксплуатации скважины ЯМР-исследования могут позволить установить возникновение обводнения и разрушения призабойной зоны на начальной стадии, что увеличит её эффективность.

Анализ ЯМР-свойств исследуемых объектов даёт предпосылки к развитию и созданию новых способов обработки и интерпретации данных ЯМР-релаксометрии в комплексе со стандартными лабораторными методами исследования керна и пластовых флюидов и расширяет область применения метода ЯМР.

Достоверность полученных результатов подтверждается согласованием с результатами стандартных лабораторных исследований. Распределение пор по размерам, рассчитанное по ЯМР-данным на основе значений поверхностной релаксивности, с высокой степенью достоверности подтверждается результатами капилляриметрии; полученные по ЯМР-данным оценки количества и типа глинистых минералов согласуются с данными гранулометрического и рентгеноструктурного анализов; значения удельной поверхности, рассчитанные по ЯМР-данным, соответствуют значениям, полученным методом тепловой десорбции; результаты исследования порошков кварцевых гранул и грунтовых композитов подтверждаются результатами диэлектрической спектроскопии и резистивиметрии; компонентный состав и тип пластовых флюидов согласуются с данными гидрохимического анализа и жидкостной хроматогра-

фии. Достоверность также определяется применением сертифицированной аппаратуры и зарегистрированного программного обеспечения, высоким качеством и большим объёмом использованных практических данных.

Апробация результатов и публикации

Основные результаты известны научной общественности и докладывались на международных и всероссийских конференциях и симпозиумах: уральской молодёжной школе по геофизике (Пермь, 2011, 2013; Екатеринбург, 2012); всероссийской научной конференции студентов-физиков и молодых учёных (Екатеринбург, 2011); международной научно-практической конференции EAGE (Тюмень, 2013, 2015, 2017); международной научной конференции «ИНТЕРЭКСПО Гео-Сибирь» (Новосибирск, 2014, 2016, 2017); всероссийской научно-практической конференции «Ядерно-магнитные скважинные и аналитические методы в комплексе ГИС при решении петрофизических, геофизических и геологических задач на нефтегазовых месторождениях» (Тверь, 2014); всероссийской молодежной конференции «Трофимукоские чтения-2015» (Новосибирск, 2015); международном научном симпозиуме имени академика М.А. Усова студентов и молодых ученых «Проблемы геологии и освоения недр» (Томск, 2016); 11th international conference on electromagnetic wave interaction with water and moist substances (Florence, 23-27 May 2016); 8th international Siberian early career geoscientists conference (Novosibirsk, 2016) 38th Progress in electromagnetics research symposium (Saint Petersburg, 2017), XIV международной конференции «Физика диэлектриков» (Санкт-Петербург, 2017).

По теме диссертации опубликовано 33 работы, из них 4 статьи в ведущих рецензируемых научных журналах, определённых списком ВАК («Каротажник», «Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений», «Геология и геофизика», «Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов»), 1 статья в рецензируемом научном журнале, входящем в базу данных Scopus («Measurement science and technology»), 28 – в материалах всероссийских и международных конференций.

Работа выполнена в лаборатории скважинной геофизики Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН.

Структура работы

Диссертационная работа состоит из введения, трёх глав, заключения и списка литературы из 141 источника. Полный объём диссертации 136 страниц, включая 50 рисунков и 12 таблиц.

Благодарности

Автор выражает глубокую благодарность научному руководителю д.ф.-м.н., доценту Вячеславу Николаевичу Глинских за неизменное внимание, ценные советы, конструктивные замечания и всестороннюю поддержку при работе над диссертацией.

Автор искренне признателен научному сотруднику Института геофизики УрО РАН к.ф.-м.н. Ю.К. Долманскому за всестороннее внимание, неоцени-

мую помощь, критические замечания и консультации, которые помогли определиться с кругом научных интересов.

Автор благодарит академика РАН, д.т.н. М.И. Эпова за помощь и поддержку при проведении исследований, директора ИНГГ СО РАН д.т.н., проф. И.Н. Ельцова, сотрудников Института д.г.-м.н., проф. С.Б. Бортникову, к.т.н. Н.А. Голикова, к.т.н. Г.В. Нестерову, к.г.-м.н. Е.А. Фурсенко, к.г.-м.н. П.А. Яна, С.В. Родякина за ценные советы и конструктивную критику, а также В.И. Самойлову за методические рекомендации и консультации по оформлению диссертационных материалов.

Автор выражает свою искреннюю признательность и благодарность учёным и специалистам: д.ф.-м.н., проф. П.П. Боброву, д.ф.-м.н., проф. В.Д. Скирде, к.ф.-м.н. С.В. Жакову, к.т.н. Л.А. Муравьеву и В.А. Вавилину за плодотворные обсуждения, ценные замечания и помощь в сборе и первичной обработке петрофизических и геолого-геофизических материалов.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** определён объект исследования, обоснована актуальность, поставлены цель и научные задачи, указан фактический материал исследования, сформулированы основные полученные результаты, теоретическая и практическая значимость, научная новизна работы, личный вклад соискателя.

В **первой главе** представлен обзор работ, посвященных применению лабораторного метода ЯМР-релаксометрии при определении фильтрационно-ёмкостных и физико-химических свойств пород-коллекторов и насыщающих их пластовых флюидов. Рассмотрены теоретические основы метода ЯМР, показаны основные параметры, характеризующие породы-коллекторы по ЯМР-данным: время продольной и поперечной релаксации, коэффициенты пористости и проницаемости, распределение пор по размерам, индексы свободного флюида и связанной воды [Kozeny, 1927; Фаррар, Беккер, 1973; Гюнтер, 1984; Kenyon, 1992; Coates, Gardner, Miller, 1994; Hydrocarbon saturation..., 1994; Аксельрод, 1990, 2000, 2003; Zhang, Hirasaki, Waylon, 2000; Coates, Prammer, Xiao, 2001; Джафаров, Сынгаевский, Хафизов, 2002; Доналдсон, Тиаб, 2009].

Далее показано, как разными исследователями определяются петрофизические и физико-химические свойства пород-коллекторов и насыщающих их пластовых флюидов по результатам лабораторных ЯМР-измерений. Представлен детальный анализ каждого ЯМР-параметра. Основные особенности заключаются в следующем. Экспериментально доказано, что ЯМР-пористость не зависит от литологии пород [Effective porosity..., 1994; Dodge, Shafer, Klimentidis, 1996; Мурцовкин, Топорков, 2000]. Установлено, что при условии полного насыщения коллектора водой времена продольной и поперечной релаксации $T_{1,2}$ пропорциональны размеру пор. Качественным подтверждением прямой зависимости времен релаксации и размеров пор является изучение водонасыщенности и распределения воды в поровом пространстве частично насыщенных пород [Gallegos, Smith, 1988; Pore-size distribution..., 1989; Better pore size...,

2002; Оценка размеров..., 2008; Using nuclear..., 2010; Денисенко, 2012]. Показано, что модель Коатеса используется для получения коэффициента проницаемости по данным распределения времени поперечной релаксации T_2 , которое характеризуется, прежде всего, размерами пор, и, следовательно, более справедлива эта модель для пород с хорошей корреляцией размеров пор и поровых каналов [Pore connectivity..., 2008]. Результатами многочисленных измерений показано, что для песчаников разделение свободной и капиллярно-связанной воды характеризуется временем отсечки $T_{2гр} = 30$ мс, для карбонатов – $T_{2гр} = 90$ мс. Величина времени отсечки $T_{2гр}$ не является одной и той же для всех пород [Field test..., 1993; Effective porosity..., 1994; A laboratory study..., 1995; Core analysis..., 1997; Мурцовкин, Топорков, 2000]. По T_2 -распределению можно судить об относительном компонентном составе исследуемых образцов [Experimental study..., 1996; Мурцовкин, Топорков, 2000; Analysis of NMR..., 2002; Anand, Hirasaki, 2005; Straley, 2006; Nicot, Fleury, Leblond, 2006]. Анализ компонентного состава основывается на том, что скорость релаксации той или иной компоненты тем выше, чем больше ее вязкость. Поскольку ЯМР-характеристики пластовых флюидов могут быть весьма различными, это дает возможность определять тип УВ и их количество [Джафаров, Сынгаевский, Хафизов, 2002; Sun, Dunn, 2003].

Вторая глава посвящена определению петрофизических параметров пористых сред, представленных как образцами керна терригенных горных пород, так и искусственными образцами: порошками кварцевых гранул, грунтовыми композитами, кондиционированными криогелем, методом ЯМР-релаксометрии.

В разделе 2.1 выполнена оценка объемного содержания и типа глинистых минералов, входящих в состав песчано-алевритовых образцов керна, по эффективной ЯМР-пористости и среднему логарифмическому времени поперечной релаксации.

По результатам проведенных исследований песчано-алевритовых образцов керна установлены связи эффективной ЯМР-пористости ($K_{п\ эфф}$) и суммарной амплитуды спектра по временам поперечной релаксации до 3 мс, разделяющих капиллярно- и глинисто-связанный флюид ($A_{сум}$), с глинистостью ($C_{гл}$). Полученные зависимости характеризуются увеличением эффективной ЯМР-пористости с уменьшением глинистости, обуславливающим снижение доли глинисто-связанного флюида (Рисунок 1а).

При этом для песчаников уменьшение $C_{гл}$ более существенное, чем для алевритов, что связано с преобладающим содержанием того или иного глинистого минерала (каолинит или хлорит) в составе глинистой фракции. [Шумскайте, 2014; Шумскайте, Глинских, 2015]. Выявленные зависимости $C_{гл}(A_{сум})$ характеризуются увеличением глинистости с увеличением интенсивности (Рисунок 1б). Как и в первом случае, для песчаников увеличение $C_{гл}$ значительнее, чем для алевритов, обусловленное преобладанием каолинита или хлорита. В предельном случае при максимальном значении $K_{п\ эфф}$ величина $C_{гл}$

составит меньше 5% для обеих групп, что соответствует «чистым» незаглинизированным песчаникам. При построениях учтены измерения $A_{\text{сум}}$ в диапазоне 0,12-0,50 отн. ед. на образцах с $C_{\text{гл}}$ от 25 до 50%.

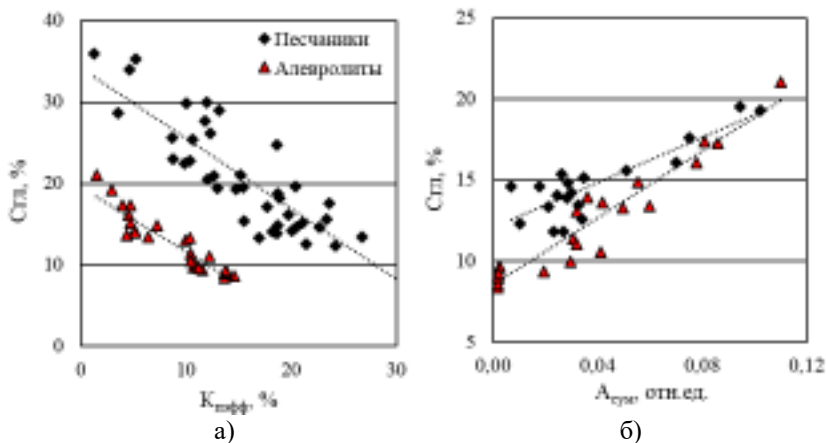


Рисунок 1 – Зависимость объемного содержания глины от эффективной ЯМР-пористости (а) и суммарной интенсивности ЯМР-сигнала до 3 мс (б)

Распределение объемного содержания каолинита и хлорита по временам поперечной релаксации показывает, что для исследуемых образцов с преобладанием каолинита времена поперечной релаксации находятся в интервале 10-18 мс, с преобладанием хлорита – 2-10 мс [Shumskayte, Dolomansky, 2013; Шумскайте, Глинских, 2014]. То есть время поперечной релаксации 10 мс является граничным для разделения образцов с преобладающим содержанием каолинита/хлорита (Рисунок 2а). По ЯМР-данным рассчитана удельная поверхность образцов зерна как отношение глинисто-связанного флюида к капиллярно-связанному. Выполнен анализ связи полученных значений удельной поверхности с объемным содержанием глины, который позволил выделить три группы образцов (Рисунок 2б).

Для всех групп характерно увеличение удельной поверхности с увеличением глинистости. В песчаниках с каолиновой глиной удельная поверхность слабо меняется с ростом глинистости. Это связано с тем, что частицы каолинита, распределенные дискретно, составляют часть матрицы породы вместе с частицами самого песчаника и обладают низкой удельной поверхностью. В алевролитах с хлоритовой глиной изменение удельной поверхности происходит быстрее, что связано с поверхностными свойствами как глинистых, так и самих частиц алевролита, обладающих высокой удельной поверхностью. Группа песчаников с каолинит-хлоритовой глиной является промежуточной и характеризуется существенным увеличением удельной поверхности с измене-

нием глинистости, что в первую очередь связано с наличием хлоритовой составляющей в глинистой фракции [Шумскайте, Глинских, Голиков, 2015; Шумскайте, Глинских, 2016].

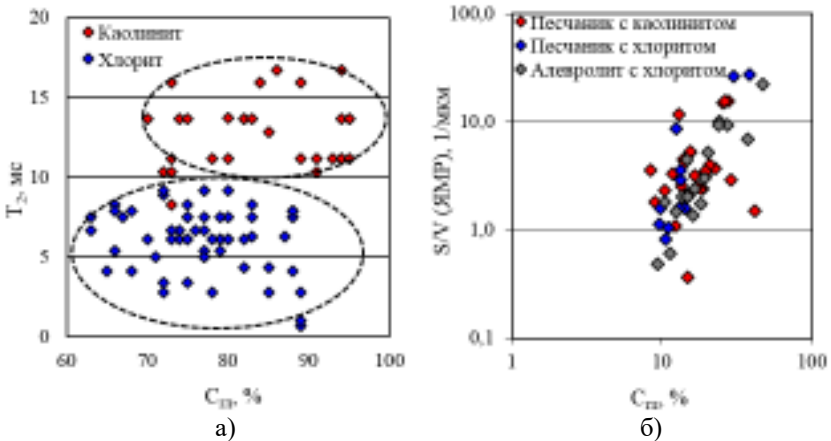


Рисунок 2 – Распределение объёмного содержания каолинита и хлорита по временам поперечной релаксации (а) и зависимость удельной поверхности от глинистости для трех групп образцов керна (б)

Таким образом, выявлены связи ЯМР-характеристик с глинистостью для песчано-алевролитовых образцов с разным типом глинистых минералов на основе анализа двух ЯМР-параметров: эффективной ЯМР-пористости и интенсивности сигнала до 3 мс и найдено граничное время поперечной релаксации, разделяющее образцы с преобладающим содержанием каолинита/хлорита. Показано, что тип глины оказывает большее влияние на удельную поверхность, чем её количество.

В разделе 2.2 представлены результаты ЯМР-исследований порошков сферических кварцевых гранул разного радиуса при изменении коэффициента водонасыщенности.

В качестве модели пористой среды рассматриваются четыре порошка сферических кварцевых гранул с радиусом частиц <10 и <25 мкм и в диапазоне 20-35 и 35-55 мкм. Для каждого образца была выполнена оценка нижнего и верхнего предела поверхностной релактивности по известному выражению связи радиуса частиц и радиуса образуемых ими пор [Mavko, Mukerji, Dvorkin, 2009]. Для гранул радиусом до 10 мкм ρ меняется в диапазоне 0,0014-0,0070 мкм/мс, до 25 мкм – 0,0034-0,0169 мкм/мс, 20-35 мкм – 0,0052-0,0258 мкм/см и для 35-55 мкм – 0,0068-0,0338 мкм/мс. По полученным значениям распределение по временам поперечной релаксации пересчитывается в распределение пор по размерам [Hysteresis of the NMR response..., 2017].

Образцы насыщались дистиллированной водой с шагом 0,1 до полного насыщения, затем постепенно высушивались с тем же шагом. В результате установлен характер заполнения порового пространства при насыщении и высушивании. Полученные данные свидетельствуют о том, что дренаж и фильтрация в исследуемых порошках сферических кварцевых гранул идут в разных направлениях, что отражается на результатах измерений комплексной диэлектрической проницаемости [Шумсайте, Бобров, Лапина, 2016].

Выполненные ЯМР-исследования смеси порошков сферических кварцевых гранул с глиной (её содержание в смеси составляло 5, 14 и 30%) показали, что среднее геометрическое времени поперечной релаксации связано с количеством глины и радиусом кварцевых гранул выражением

$$T_2^{LM} = a \frac{r^2}{C_{гг}} + b$$

где T_2^{LM} – среднее логарифмическое время поперечной релаксации (мс), r – радиус кварцевых гранул (мкм), $C_{гг}$ – объемное содержание бентонита (%), a , b – коэффициенты. Экспериментально установлено, что даже незначительное количество глины существенно влияет на ЯМР-сигнал и результаты его интерпретации (Рисунок 3).

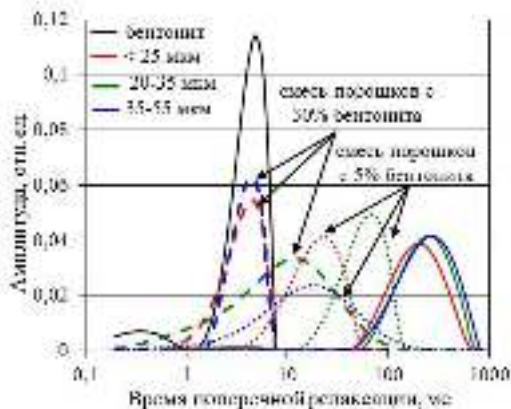


Рисунок 3 – Спектры по временам поперечной релаксации для бентонита, порошков кварцевых гранул разного радиуса и их смеси с бентонитом

Добавление 5% бентонита в порошки кварцевых гранул приводит к уменьшению их времени поперечной релаксации в 10 раз, увеличение доли бентонита до 30% сопровождается дальнейшим уменьшением T_2 (в 3-5 раз). Анализ значений ЯМР-пористости порошков кварцевых гранул и их смеси с бентонитом показывает, что добавление в порошки 5% глины приводит к уменьшению общей и эффективной ЯМР-пористости, то есть частицы глины закупоривают

поровое пространство, поэтому воды в образце становится меньше. При содержании в смеси 30% бентонита ЯМР-пористость уменьшается по сравнению с ЯМР-пористостью порошков без глины [Доналдсон, Тиаб, 2009].

В разделе 2.3 приведены основные ЯМР-параметры криогелей и грунтовых композитов на их основе.

В последнее время все больший интерес проявляется к криогелям на основе поливинилового спирта (ПВС), поскольку метод криотропного гелеобразования позволяет совершенствовать существующие материалы и создавать новые. После прохождения цикла замораживания/оттаивания криогель переходит из вязкотекучего в упруго-полимерное состояние, он абсолютно безопасен для человека, он защищает грунт от высыхания и размывов. Именно поэтому грунтовые композиты на основе криогеля предполагается использовать для укрепления строительных сооружений [Изменение свойств почвы..., 2014]. Для этого необходимо знать распределение криогеля в грунте, физические свойства и структурные особенности криогелей и грунтовых композитов на их основе. Одним из методов исследования криогелей и кондиционированных ими грунтовых композитов является импульсная ЯМР-релаксометрия, позволяющая получить данные о содержании криогеля в грунтовом композите и изменении структуры порового пространства грунтовых композитов при циклическом изменении температуры. ЯМР-исследования выполняются на образцах из смеси песка, используемого при строительстве в ЯНАО и три криогеля разного состава. Показано, что время поперечной релаксации и водородный индекс чувствительны к изменению содержания криогеля в составе грунтового композита и его составу. При изучении свойств грунтовых композитов при циклическом замораживании/оттаивании установлено, что на изменение структуры порового пространства большее влияние оказывает повышение температуры, чем ее понижение.

Анализ зависимостей времени поперечной релаксации от температуры показал, что по параметру T_2 грунтовый композит оказывается более устойчивым к изменению температуры по сравнению с криогелем. Установлено, что основные структурные изменения происходят при первом цикле замораживания/оттаивания (Рисунок 4). На графике видно, что первый цикл замораживания криогеля сопровождается постепенным уменьшением T_2^{LM} с 712 до 133 мс до температуры -6°C , затем время поперечной релаксации резко уменьшается до 1 мс. При оттаивании времена поперечной релаксации криогеля постепенно увеличиваются с повышением температуры. Такое изменение времени поперечной релаксации при циклическом замораживании/оттаивании характерно для всех криогелей. При последующих циклах замораживания/оттаивания криогелей их времена поперечной релаксации ведут себя аналогично [Поведение электрофизических параметров и..., 2016; Electrophysical parameters and NMR-characteristics..., 2016].

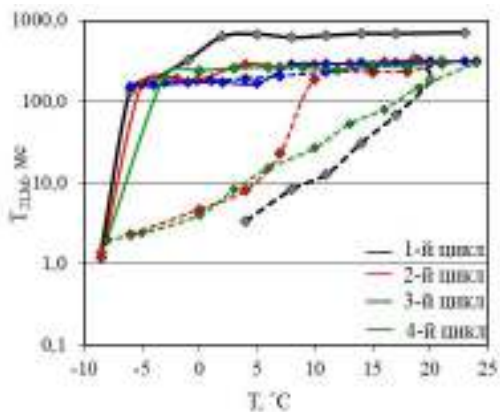


Рисунок 4 – Изменение времени поперечной релаксации криогеля 1 в зависимости от температуры при замораживании (—) и оттаивании (---)

Следует отметить, что каждый последующий цикл замораживания/оттаивания характеризуются меньшими временами поперечной релаксации, чем предыдущий. Это объясняется свойствами криогеля, который при замораживании частично переходит в твёрдое состояние, что подтверждается результатами измерения удельного электрического сопротивления при циклическом изменении температуры.

В **третьей главе** показана эффективность метода ЯМР-релаксометрии при изучении пластовых флюидов. Установлена связь времени поперечной релаксации с групповым составом и коэффициентом вязкости нефтесодержащих флюидов, а также с ионно-солевым и микрокомпонентным составом жидкостей, выносимых из скважин.

В **разделе 3.1** проводится совместный анализ данных ЯМР-релаксометрии и гидрохимического анализа проб жидкостей с целью оперативной диагностики и типизации для предотвращения проблем обводнения и разрушения призабойной зоны.

Полученные спектры по временам поперечной релаксации проб жидкостей разделяются на три группы: техногенная вода, характеризующаяся временами поперечной релаксации <500 мс, пластовая вода с временами поперечной релаксации 350-1500 мс и конденсационная вода с временами поперечной релаксации 2000-2500 мс. На изменение времён поперечной релаксации оказывает влияние не только количество парамагнитных ионов металлов, но и величина их магнитной восприимчивости, которая меняется от +0,50 у Li до +9,9 у Mn, у Fe эта величина >1100 [Tayler, Levit, 2011].

Для того чтобы установить, как концентрация парамагнитных включений влияет на времена поперечной релаксации, рассмотрены образцы со 100% содержанием техногенной, пластовой и конденсационной вод и образцы с их со-

держанием в пробе 90-100% и построена диаграмма распределения в этих пробах основных парамагнитных ионов (Рисунок 5).

На диаграмме видно, что в пробе с содержанием техногенной воды 91,5% по сравнению со 100% пробой увеличились концентрации ионов Na^+ (в 2 раза), Mg^{2+} (в 2,7 раза) и Mn^{2+} (в 7,9 раз), концентрация ионов K^+ уменьшились в 1,4 раза, концентрация ионов Ba^{2+} – не изменилась, ионов Ca^{2+} – изменились незначительно. Существенное увеличение концентрации ионов с наибольшей магнитной восприимчивостью χ (Таблица 2) и объясняет уменьшение времени поперечной релаксации пробы 19 относительно пробы 10 в 7 раз, несмотря на содержание в пробе 19 8,6% пластовой воды. Для других типов жидкости закономерности сохраняются [Лабораторное изучение жидкостей..., 2017].

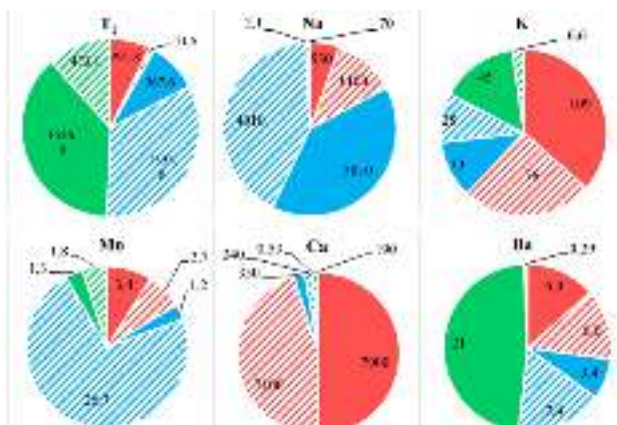


Рисунок 5 – Распределение содержания ионов Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+} и Mn^{2+} для проб жидкостей с содержанием техногенной (■), пластовой (▨) и конденсационной (■) вод 100% (сплошной цвет) и 90-100% (штриховка)

Таким образом, экспериментально установлено, что время поперечной релаксации проб жидкостей, выносимых из скважин, очень чувствительно к изменению концентрации парамагнитных ионов, что дает возможность однозначно выделять техногенную воду среди проб жидкостей. Установлена зависимость времени поперечной релаксации от содержания ионов кальция и натрия, по которым выделяют техногенную и пластовую воды по результатам гидрохимического анализа. Это составляет основу для оперативной типизации по ЯМР-данным жидкости, выносимой из скважин, и однозначно выделять техногенную воду, характеризующуюся повышенным содержанием ионов кальция, магния, марганца и железа.

В разделе 3.2 выполнен анализ ЯМР-данных по изучению реологических и физико-химических свойств нефтесодержащих флюидов [Fleury, Deflandre, Godefroy, 2001; Shkalikov, Skirda, Archipov, 2006; Low-field nuclear magnetic..., 2015; Исследование корреляции вязкости..., 2016]. Поскольку реологические

свойства нефти зависят от ее группового состава, спектр по временам поперечной релаксации может быть разбит на интервалы, характерные для ароматических и насыщенных углеводородов. Следует отметить, что для разных образцов нефти интервалы времён поперечной релаксации, соответствующие ароматическим и насыщенным УВ, будут отличаться. Это связано с тем, что скорость релаксации зависит от концентрации парамагнитных ионов, которые содержатся главным образом в молекулах смол и асфальтенов. Время поперечной релаксации ароматических и насыщенных УВ определяется именно количеством смол и асфальтенов, и чем их больше, тем время релаксации меньше. Для исследуемой выборки нефтесодержащих флюидов граничное время поперечной релаксации для разделения ароматических и насыщенных УВ составляет 150-500 мс в зависимости от содержания смолисто-асфальтеновых соединений. Для образцов с содержанием смолисто-асфальтеновых соединений больше 20% разделить ароматические и насыщенные УВ не удастся, что связано с разрешающей способностью используемой аппаратуры [NMR relaxation potential..., 2016].

В результате проведенных исследований образцов нефти и конденсатов экспериментально установлена зависимость коэффициента вязкости от среднего логарифмического времени поперечной релаксации следующего вида

$$\eta = \alpha T \left(\frac{1}{T_2^{LM}} \right)^\beta$$

где η – коэффициент динамической вязкости (сП), T – температура Кельвина ($^{\circ}\text{K}$), T_2^{LM} – среднее логарифмическое времени поперечной релаксации (мс), α и β – коэффициенты 2,18 и 0,87 соответственно.

Это уравнение находит подтверждение в теории релаксации, развитой Бломбергенем и коллегами [Bloembergen, Purcell, Pound, 1948], в случае рассмотрения диполь-дипольного механизма релаксации.

Таким образом, ЯМР-исследованиями установлено, что метод позволяет получить надежную информацию о компонентном составе нефти, конденсата и его фракций, выкипающих при температуре до и после 200°C . Выполненные оценки коэффициентов диффузии и вязкости в постоянном и градиентном магнитном поле показали, что более надежной является оценка по эмпирической зависимости.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложенные в диссертации методические приёмы оперативного определения фильтрационно-ёмкостных свойств пористых сред (по количеству и типу глинистых минералов, радиусу сферических кварцевых гранул и свойствам грунтового композита) и типизации пластовых флюидов (по ионно-солевому и компонентному составу нефтесодержащих флюидов) имеют ряд преимуществ по сравнению со стандартными методами лабораторного исследования керн и насыщающих его флюидов.

Во-первых, экспериментально определённое граничное время поперечной релаксации для разделения образцов керна с преобладающим содержанием каолинита или хлорита позволяет корректировать время отсечки и исследовать заглинизированные образцы керна, не прибегая к трудоёмким методам определения глинистости, таким как гранулометрический и рентгеноструктурный анализ. Данные о количестве и типе глинистых минералов дают возможность точнее определять долю свободного и связанного флюидов. Рассчитанная поверхностная релаксивность, которая является важнейшей характеристикой при пересчете распределения времен поперечной релаксации в распределение пор по размерам, для разных литологических типов пород даёт возможность оперативно оценивать их удельную поверхность, не оказывая при этом механического воздействия на образец.

Во-вторых, по полученной для порошков сферических кварцевых гранул поверхностной релаксивности времена поперечной релаксации пересчитываются в радиусы образуемых гранулами пор, характеризую структуру порового пространства. Установленные по изменению преобладающего радиуса пор в зависимости от коэффициента водонасыщения направления фильтрации и дренажа объясняют особенности частотных диэлектрических спектров водонасыщенных образцов кварцевых гранул. Установленная связь времени поперечной релаксации с радиусом сферических кварцевых гранул и содержанием глины обеспечивает повышение достоверности определения их петрофизических характеристик, что составляет основу общего описания модели пористой среды и реальных образцов горных пород. Анализ времени поперечной релаксации при циклическом замораживании/оттаивании грунтовых композитов показывает, что они устойчивы к изменению температуры и с каждым последующим циклом становятся прочнее. ЯМР-данные позволяют определять структуру порового пространства грунтовых композитов, которую невозможно получить стандартными петрофизическими методами.

В-третьих, выполненный ЯМР-анализ проб жидкостей, выносимых из скважин, и нефтесодержащих флюидов подтверждает связь времени поперечной релаксации с концентрацией парамагнитных ионов металлов и смолисто-асфальтеновых соединений, показывая новые возможности их экспресс-типизации до проведения детальных гео- и гидрохимических исследований, требующих существенного времени.

Несомненно, дальнейшие исследования по теме диссертации необходимы и должны быть связаны с комплексированием ЯМР-релаксометрии и стандартных лабораторных методов изучения пород-коллекторов и насыщающих их флюидов, с развитием алгоритмов обработки и интерпретации ЯМР-сигнала и усовершенствованием аппаратуры, обеспечивая развитие и расширение области применения метода ЯМР.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ:

Статьи в журналах, рекомендованных перечнем ВАК:

1. Шумскайте М.Й. Анализ влияния объемного содержания и типа глинистых минералов на релаксационные характеристики песчано-алевритовых образцов / М.Й. Шумскайте, В.Н. Глинских // Каротажник. – 2015. – Вып. 253. – №7. – С. 56-62.
2. Шумскайте М.Й. Изменение диэлектрической проницаемости и ЯМР-сигнала влажных порошков кварцевых гранул при увеличении и уменьшении водонасыщенности / М.Й. Шумскайте, П.П. Бобров, А.С. Лапина // Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений. – 2016. – №5. – С. 15-20.
3. Шумскайте М.Й. Зависимость ЯМР-характеристик песчано-алевритоглинистых образцов от удельной поверхности и удельного электрического сопротивления / М.Й. Шумскайте, В.Н. Глинских // Геология и геофизика. – 2016. – Т. 57. – №10. – С. 1911-1918.
4. Лабораторное изучение жидкостей, выносимых из скважин, лабораторным методом ЯМР-релаксометрии / М.Й. Шумскайте, В.Н. Глинских [и др.]. – Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2017. – Т. 328. – №2. – С. 59-66.

Публикации в зарубежных изданиях:

5. Shumskayte M.Y. Electrophysical parameters and NMR-characteristic of cryogel [Электронный ресурс] / M.Y. Shumskayte [et al.]. – IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. – 2017. – Vol. 43. – N. 1. – 7 p. – Режим доступа: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1755-1315/43/1/012021>.
6. Hysteresis of the NMR response and of the complex dielectric permittivity of the quartz granules powders and solid sandstones during the water imbibition and drainage [Электронный ресурс] / A.S. Lapina, M.Y. Shumskayte [et al.] // Measurement science and technology. – 2017. – Vol. 28. – N. 1. – 7 p. – Режим доступа: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1361-6501/28/1/014007?fromSearch-Page=true>.

Другие значимые публикации:

7. Shumskayte M.Y. Clay minerals volume ratio and type evaluation using NMR [Электронный ресурс] / M.Y. Shumskayte, Yu.K. Dolomansky // 3rd international geoscience conference «Tyumen 2013: New Geotechnology for the Old Oil Provinces» (Tyumen, March 25-29, 2013): conf. paper. – 2013. – PR3. – 4 p. – Режим доступа: <http://earthdoc.eage.org/publication/publicationdetails/?publication=67252>.
8. Шумскайте М.Й. Оценка глинистости образцов керна пород-коллекторов по ЯМР-данным / М.Й. Шумскайте // ИНТЕРЭКСПО ГЕО-Сибирь-2014. X междунар. науч. конгр.: Междунар. науч. конф. «Недропользование. Горное

дело. Новые направления и технологии поиска, разведки и разработки месторождений полезных ископаемых. Геоэкология»: [Сб. материалов в 4 т.] (Новосибирск, 21-24 апреля 2014 г.). – Новосибирск: СГГА, 2014. – Т. 3. – С. 171-173.

9. **Шумскайте М.Й.** Анализ влияния глинистых минералов на релаксационные характеристики терригенных отложений / **М.Й. Шумскайте**, В.Н. Глинских // Труды всерос. науч.-практ. конф. «Ядерно-магнитные скважинные и аналитические методы в комплексе ГИС при решении петрофизических, геофизических и геологических задач на нефтегазовых месторождениях» (Тверь, 30 сентября-2 октября 2014 г.). – Тверь: "Ядерно-геофизическое общество", 2014. – С. 293-301.

10. **Шумскайте М.Й.** Распределение размера пор и частиц по данным ЯМР-релаксометрии и их сопоставление с результатами капиллярно- и гранулометрии / **М.Й. Шумскайте**, В.Н. Глинских, Н.А. Голиков // Материалы всерос. молод. науч. конф. «Трофимуковские чтения-2015» (Новосибирск, 11-17 октября 2015 г.). – Новосибирск: ИНГТ СО РАН, НГУ, 2015. – С. 284-286.

11. Поведение электрофизических параметров и ЯМР-характеристик грунтовых композитов, кондиционированных криогелем, при циклическом изменении температуры // Н.А. Голиков, **М.Й. Шумскайте** [и др.] // ИНТЕРЭКСПО ГЕО-Сибирь-2016. XII междунар. науч. конгр.: Междунар. науч. конф. «Недропользование. Горное дело. Новые направления и технологии поиска, разведки и разработки месторождений полезных ископаемых. Геоэкология»: [Сб. материалов в 3 т.] (Новосибирск, 19-22 апреля 2016 г.). – Новосибирск: СГГА, 2015. – Т.2. – С. 138-142.

12. NMR relaxometry potential for oil rheological properties evaluation and component composition determination / А.Н. Turakhanov, **M.Y. Shumskayte** [et al.] // Proceeding of the 8th international Siberian early career geoscientists conference (Novosibirsk, June 13-24, 2016). – Novosibirsk: IGM SB RAS, IPGG SB RAS, NSU, 2016. – P. 334-335.

Технический редактор Т.С. Курганова

Подписано в печать 11.08.2017

Формат 60x84/16. Бумага офсет №1. Гарнитура «Таймс»

Печ.л. 0,9. Тираж 120. Зак. № 160

ИНГТ СО РАН, 630090, Новосибирск, просп. Акад. Коптюга, 3