



ИНСТИТУТ ФИЗИКИ



ТНГ-ГРУПП

КАЗАНСКИЙ (ПРИВОЛЖСКИЙ) ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Методы ядерного магнитного резонанса в исследованиях кернов и флюидов, их насыщающих

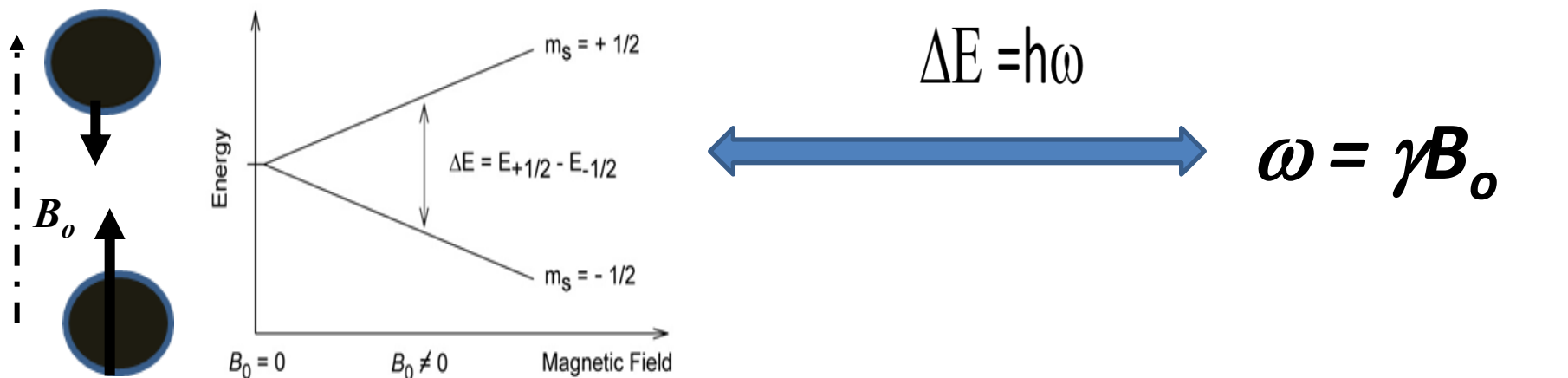
^aСкирда Владимир Дмитриевич, ^aДорогиницкий Михаил Михайлович, ^aКосарев Виктор Евгеньевич, ^bМурзакаев Владислав Маркович.

^aКазанский федеральный университет, Казань,

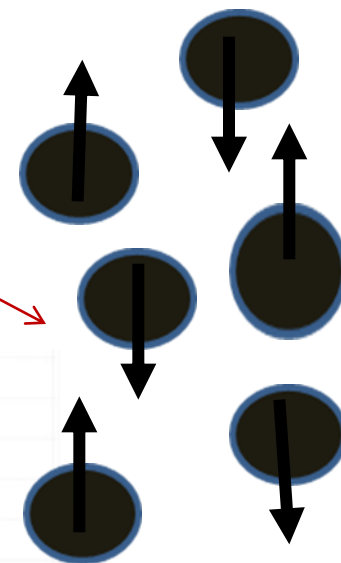
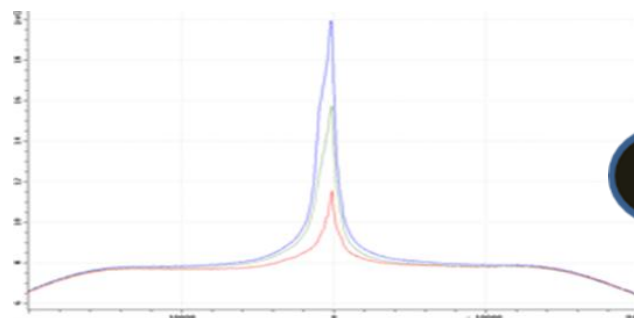
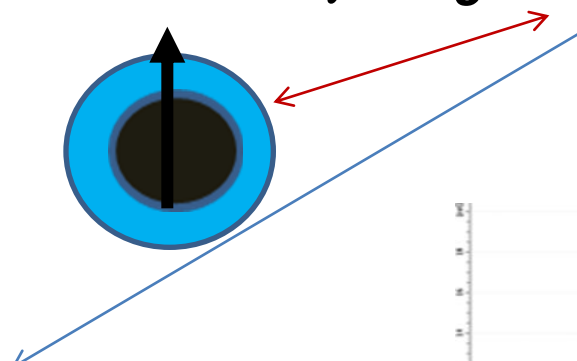
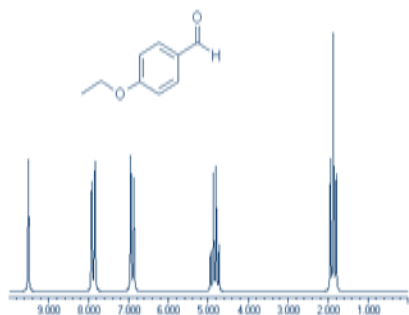
^bООО «ТНГ-Групп», Бугульма



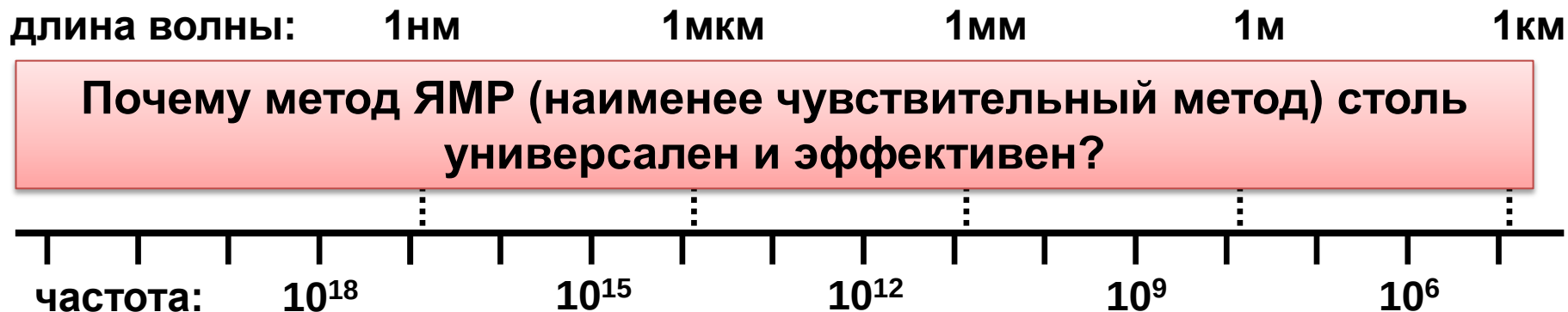
Принцип ядерного магнитного резонанса



$$\omega = \gamma (B_0 + \delta_i + \Delta B)$$



Спектральные методы исследования (по областям электромагнитного поля)



Энергия – чувствительность:

Гамма-излучение	Рентген. излучение	УФ	ИК	Дальний ИК диапазон	микроволны	радиоволны
-----------------	-----------------------	----	----	------------------------	------------	------------

Мёссбауэровская
спектроскопия

РСА

Оптическая
спектроскопия

Микроволновая
спектроскопия

ЭПР

ЯМР

Парадокс: наименее чувствительный метод (метод ЯМР) является наиболее универсальным и эффективным!

Характеристики веществ, изучаемые методами ЯМР

- **Аналитические:**
 - наличие изотопа и его концентрация;
 - количество изотопа в определенных молекулярных структурах.
- **Химические:**
 - выявление молекулярных групп, включающих резонансное ядро.
- **Квантовые:**
 - распределение электронной плотности вокруг резонансного ядра;
 - распределение спиновых плотностей в магнитных материалах.
- **Структурные:**
 - определение кристаллического и молекулярного строения упорядоченных и аморфных материалов;
 - локальное атомное окружение резонансных атомов в твердых телах.
- **Динамические:**
 - разделение подвижных и неподвижных молекул и выявление их соотношения;
 - определение типа движения;
 - количественное определение параметров движения;
 - выявление маршрутов миграции атомов в твердом теле.

Не многие из известных методов исследования могут похвастаться такой многопараметричностью, как ЯМР.

- **спиновая плотность,**
- **химический сдвиг,**
- **спин-решеточная релаксация**
- **спин-спиновая релаксация**
- **коэффициенты самодиффузии,**
-
-
-



Методы ЯМР в каротаже и исследовании кернов

Амплитуда сигнала ЯМР:

Относительное содержание водорода ^1H - водородосодержание.

Ядерная магнитная релаксация:

Мультиэкспоненциальные спады поперечной намагниченности и кривые восстановления продольной намагниченности. Спектры времён спин-спиновой магнитной релаксации T_2 и спин-решёточной магнитной релаксации T_1 .
Подвижность и типизация флюидов.

Самодиффузия флюида в поровом пространстве:

Мультиэкспоненциальные диффузионные затухания. Спектры кажущихся коэффициентов самодиффузии D_s . Распределение пор по размерам.
Проницаемость.

ЯМР-томография распределения флюидов в керне:

Одномерное или двумерное распределение плотности спинов. Структура и связность порового пространства.



Проблемы ЯМР-каротажа

1. При ЯМР каротаже по уровню ЯМР сигнала определяется объёмная плотность атомов водорода ^1H . **Проблема: часть сигнала ЯМР от высоковязких и твердотельных компонент пласта теряется вследствие коротких времён релаксации, регистрация которых затруднена из-за низкой резонансной частоты.**
2. Типизация флюида проводится по данным ядерной магнитной релаксации и диффузионному затуханию сигнала ЯМР методами DSM, TDA, SSM, MRIAN. Наибольшую информацию дают новые методы, связанные с анализом 2D совместных спектров T_2 - T_1 , T_2 - D_s или T_1 - D_s . **Проблема: нет однозначного критерия для типизации флюида по таким спектрам.**
3. Характеристики ФЕС (общая и эффективная ЯМР пористость) определяются по вычисляемым спектрам времён спин-спиновой магнитной релаксации по задаваемому времени отсечки $T_{2\text{cutoff}}$. **Проблема: время отсечки для исследуемых коллекторов должно быть априорно известно.**



Проблема коротких T_2

Для высоковязкой нефти характерно наличие компонент с короткими, менее 3 мс временами спин-спиновой релаксации.

Часть сигнала ЯМР вследствие аппаратных ограничений теряется.

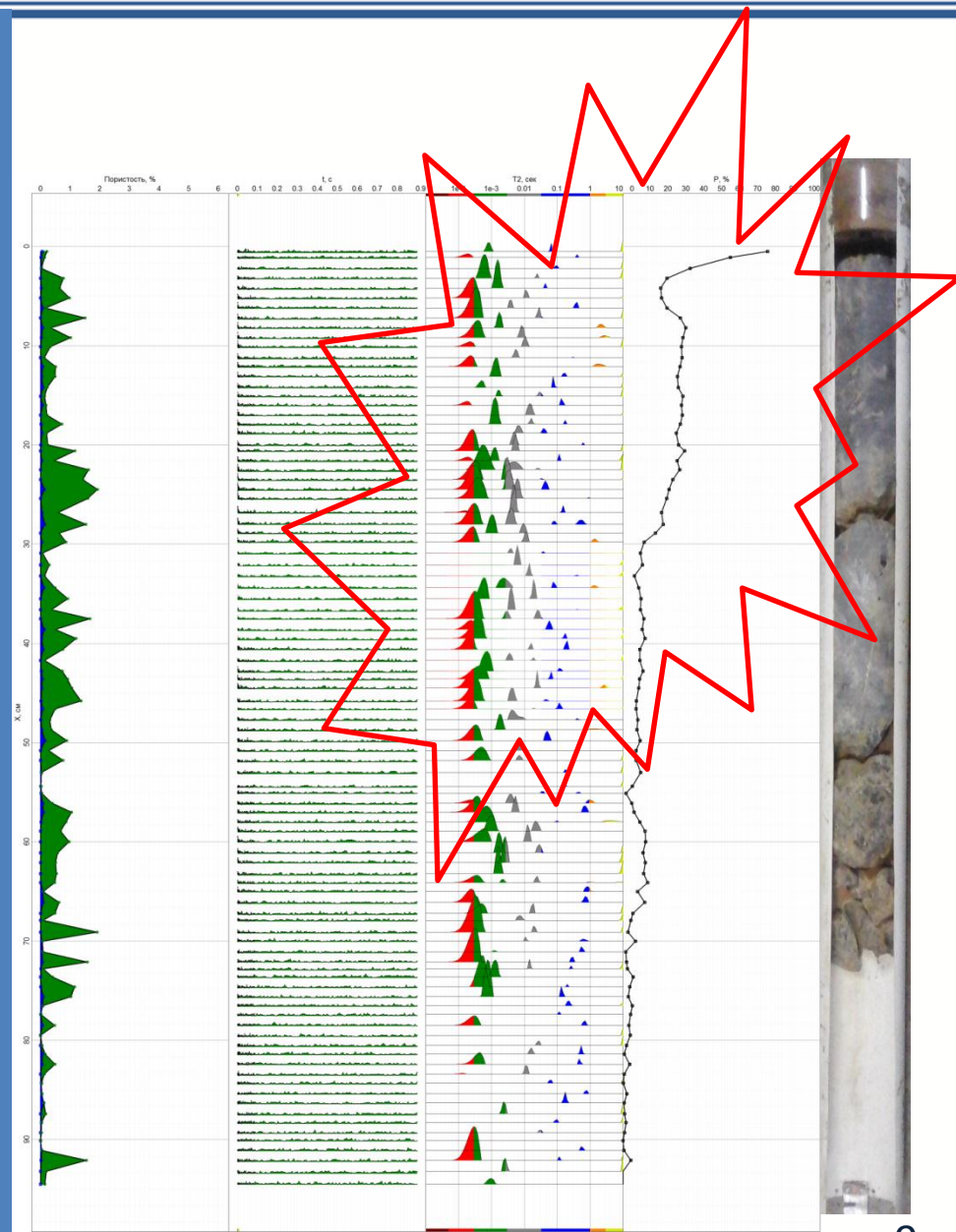
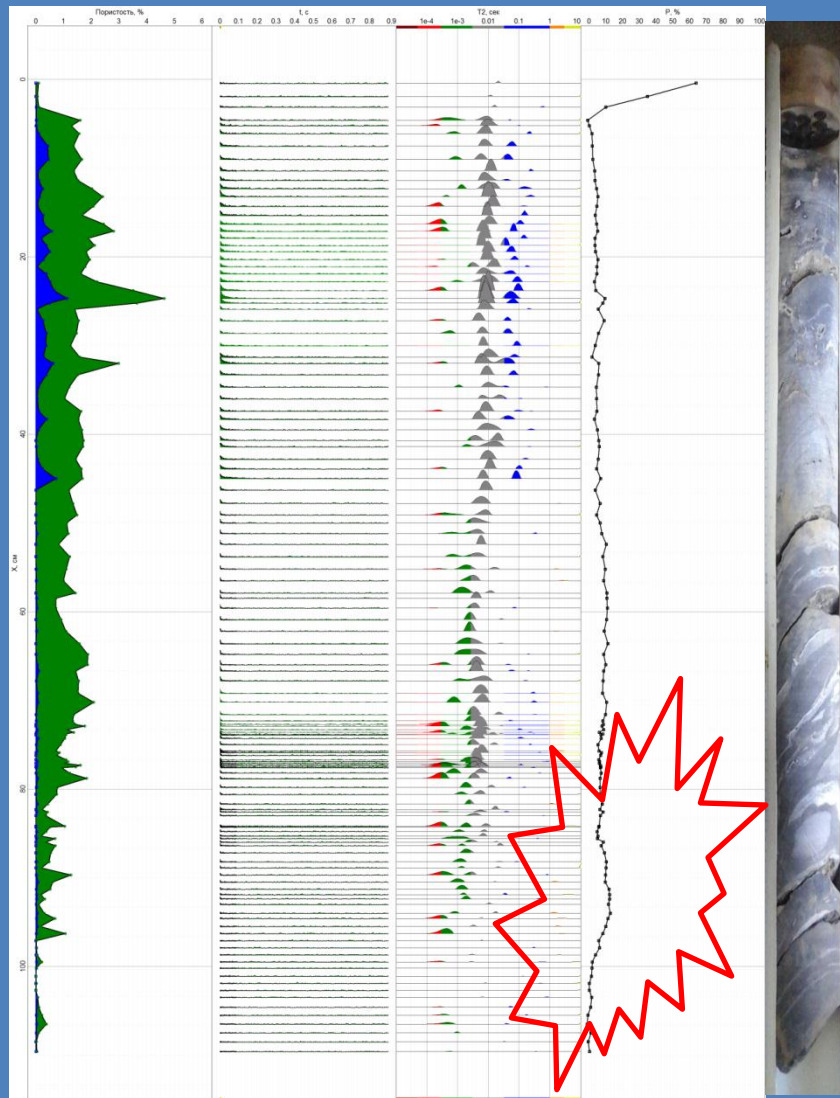
Оценка содержания углеводородов занижается.

Для воды в глинистых коллекторах также наблюдается существенное уменьшение времени спин-спиновой релаксации, вызванное её связыванием в кристаллической структуре.

Предлагаемые пути решения

Восстановление части ЯМР сигнала за счёт применения последовательности «солид эхо» из твёрдотельного ЯМР.

Калибровка установки или прибора на тестовый образец (эталона), имеющий известную плотность спинов в твердотельном и жидком состоянии.





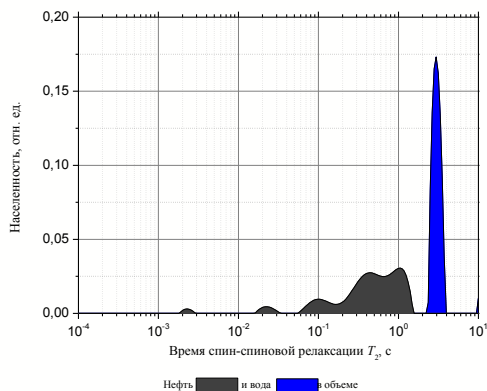
Проблема типизации флюида



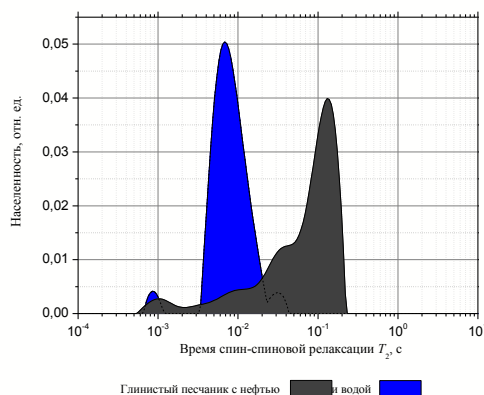
При исследованиях методом ЯМР сложных природных объектов (кернах, образцов пород) получаемая информация носит объединенный характер, поскольку имеет место одновременное влияние многих факторов:

- Размер, геометрия пор и распределение пор по размерам
- Тип поверхности пор (*смачиваемость, наличие парамагнитных примесей*)
- Тип флюида (*полярность, вязкость*) и распределение флюида в объеме поры
- Состояние флюида (*свободный/связанный*)

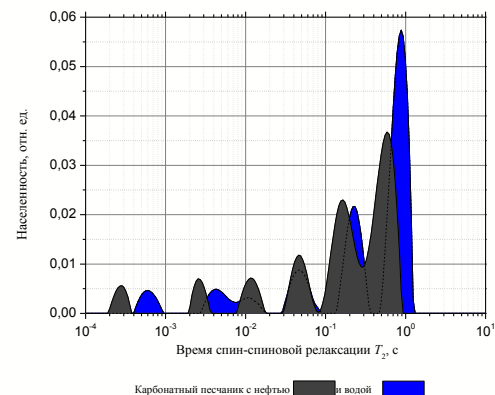
Спектры нефти и воды



В объеме



Глинистый песчаник



Карбонатный песчаник



Проблема типизации флюида

На возможность типизации флюида посредством анализа совместных данных по спин-решёточной и спин-спиновой релаксации было указано ещё на ранних этапах развития техники ЯМР каротажа.

Наиболее перспективной методикой, доступной для применения в скважинных приборах является анализ 2D совместного распределения времён T_2 и T_1 .

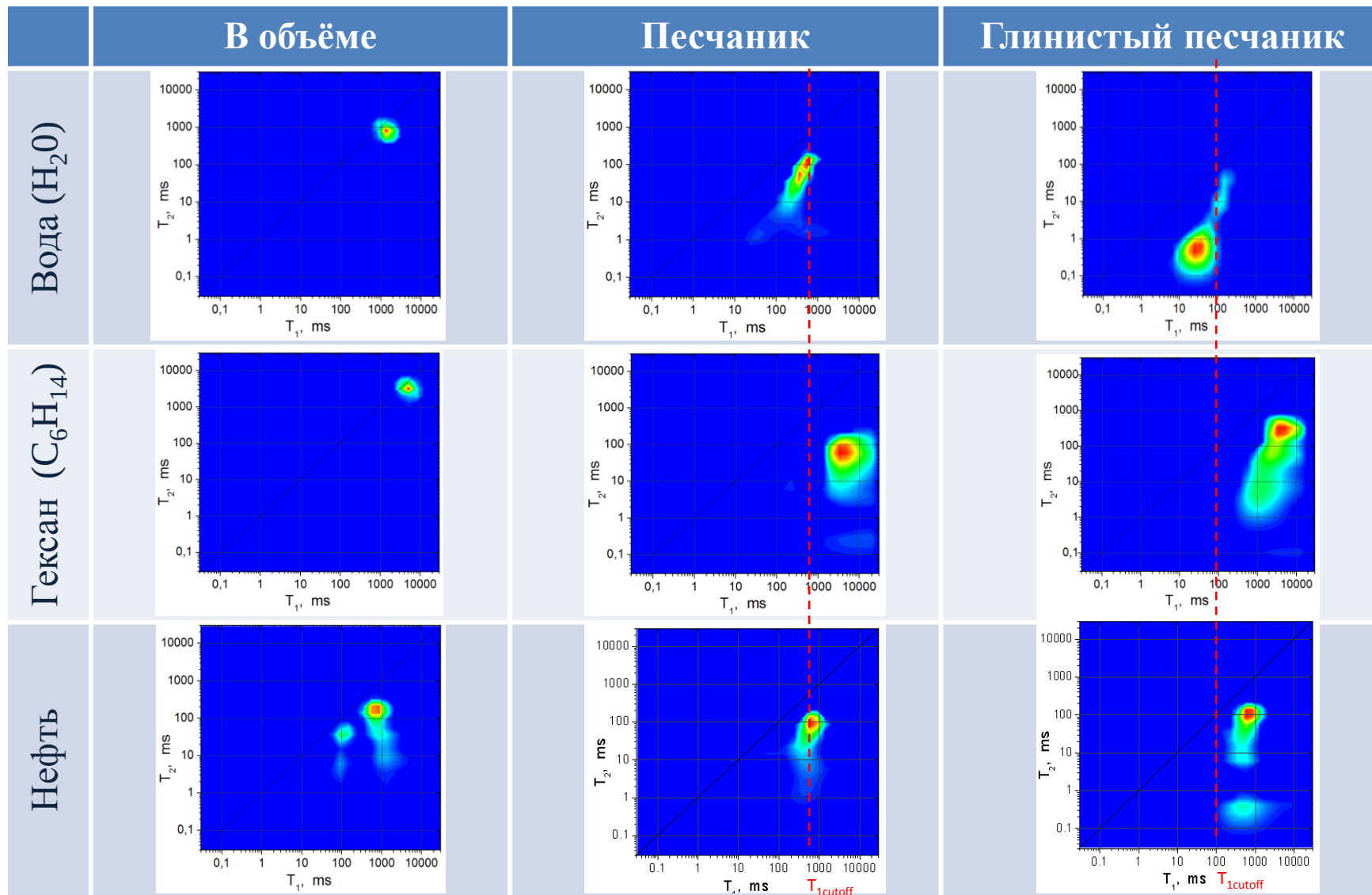
Основным критерием разделения является характерное время $T_{1\text{cutoff}}$.

Это методика требует разработки быстрого регуляризационного алгоритма решения 2-хмерного интегрального уравнения Фредгольма 1-ого рода.

Предлагаемые пути решения

Для проведения типизации флюида в интересующем интервале глубин предлагается приостановка подъёма прибора на 20-60 с и проведение совместного измерения спин-спиновой и спин-решёточной релаксации .

Для типизации флюидов в реальном режиме времени каротажа был разработан оригинальный регуляризационный алгоритм параллельного вычисления 2D совместного распределения времён релаксации T_1 и T_2 , с временными затратами не более 15 с.





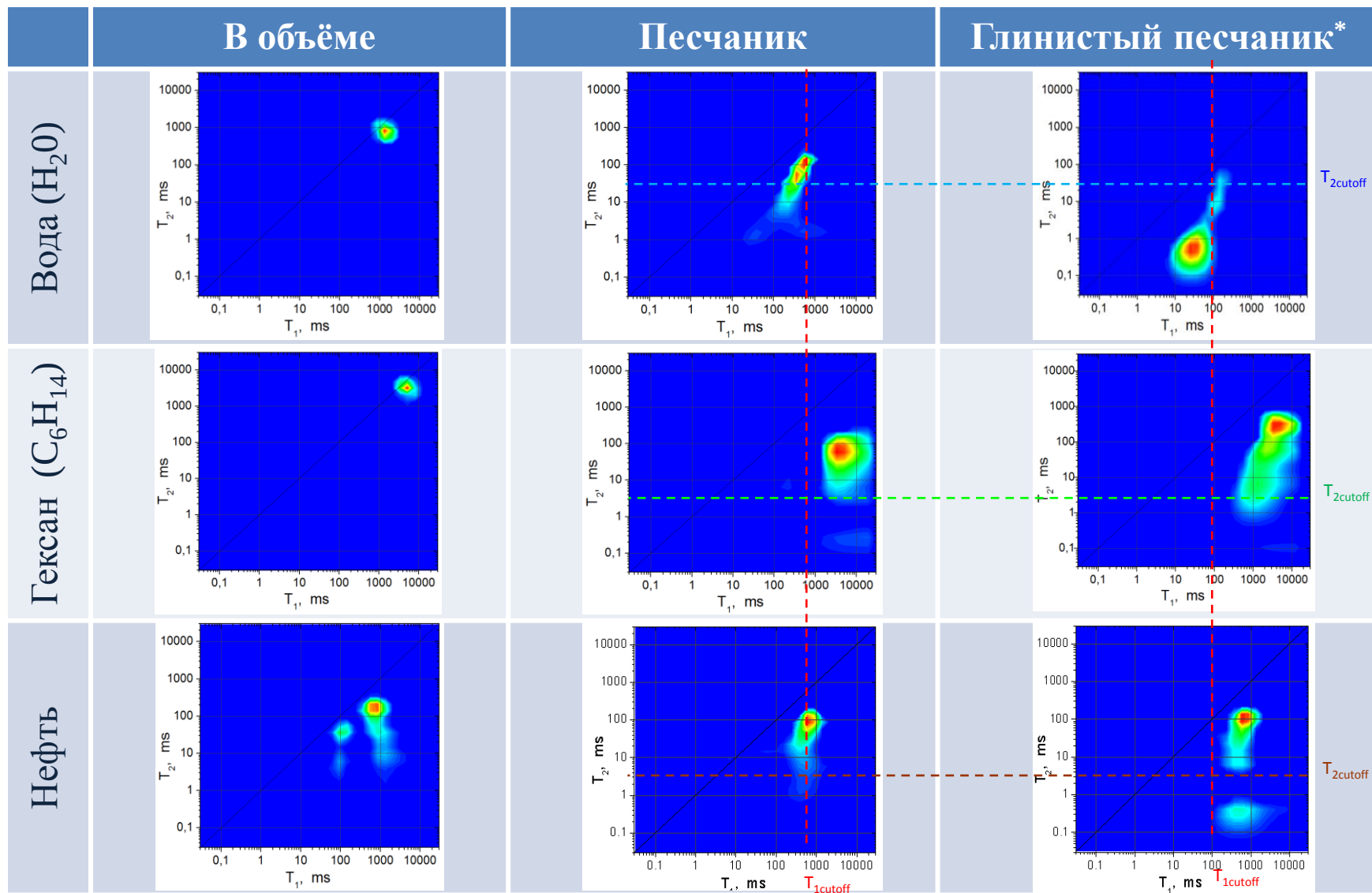
Проблема эффективной пористости

Оценка эффективной пористости по данным ЯМР производится по задаваемому характерному времени $T_{2\text{cutoff}}$. Время отсечки $T_{2\text{cutoff}}$ определяется по соответствию доли спектра времён спин-спиновой релаксации независимо измеренному коэффициенту остаточной флюидонасыщенности ($K_{\text{ов}}$ или $K_{\text{он}}$). Значение этого коэффициента зависит от типа вытесняемого флюида.

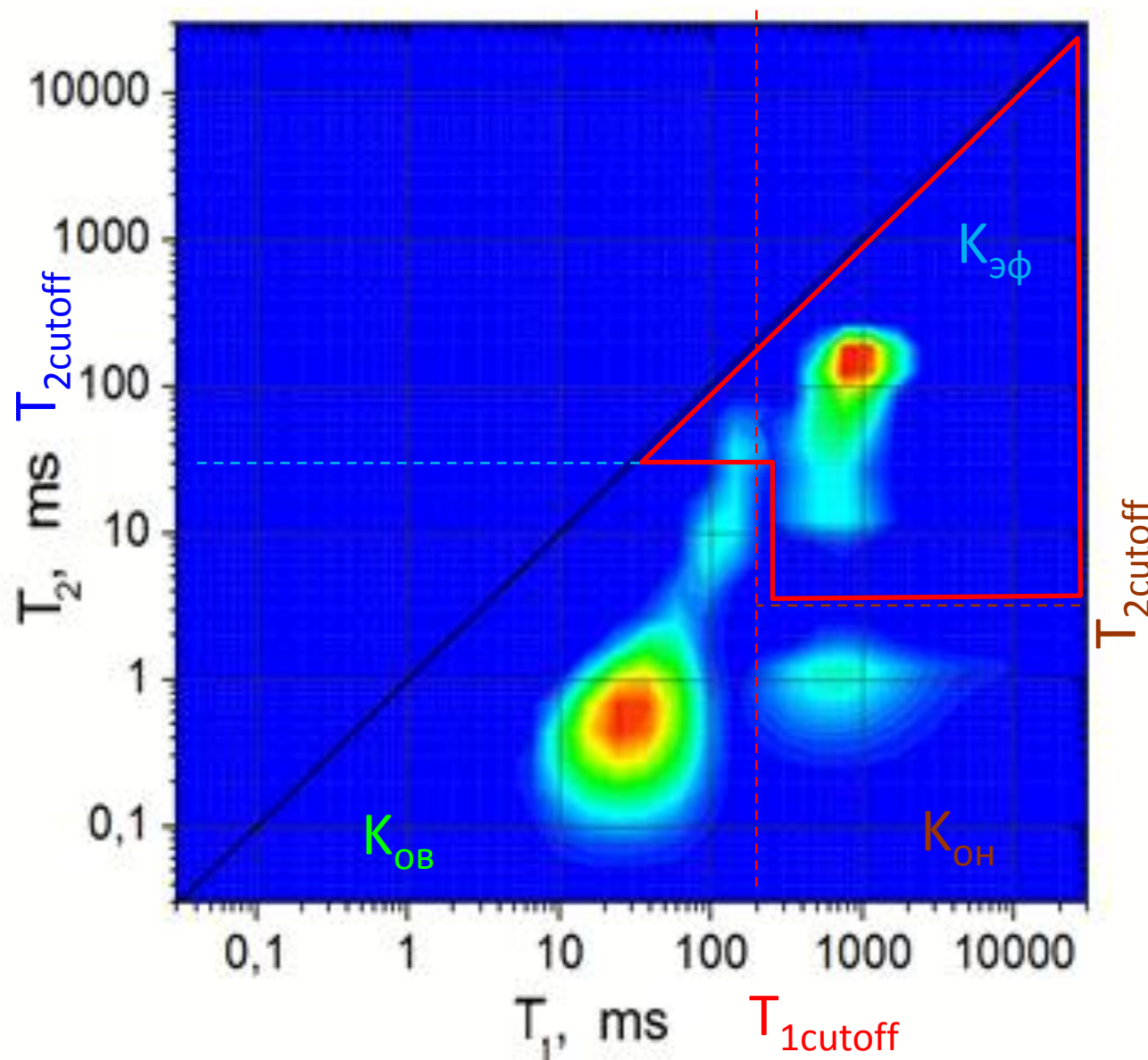
В случае присутствия в коллекторе как нефти, так и воды встаёт вопрос о корректности определения $T_{2\text{cutoff}}$.

Предлагаемые пути решения

Предполагая, что для коллектора данного типа известны коэффициенты $K_{\text{ов}}$ и $K_{\text{он}}$ по данным типизации можно предложить следующую оценку для



* Более 5% глинистости



Выделение
области
эффективной
пористости:

- Типизация флюидов по $T_{1cutoff}$;
- Отделение областей связанного флюида по $K_{ов}$ и $K_{он}$;
- Выделение области эффективной пористости и вычисление $K_{эф}$.



Проблемы характеристики пористой среды

Самодиффузия в системах с ограничениями

- режим малых времен диффузии.

$t_d \ll t_c$ (t_c – время необходимое для преодоления расстояний молекулой соизмеримых с размерами препятствий)

- режим промежуточных времен диффузии

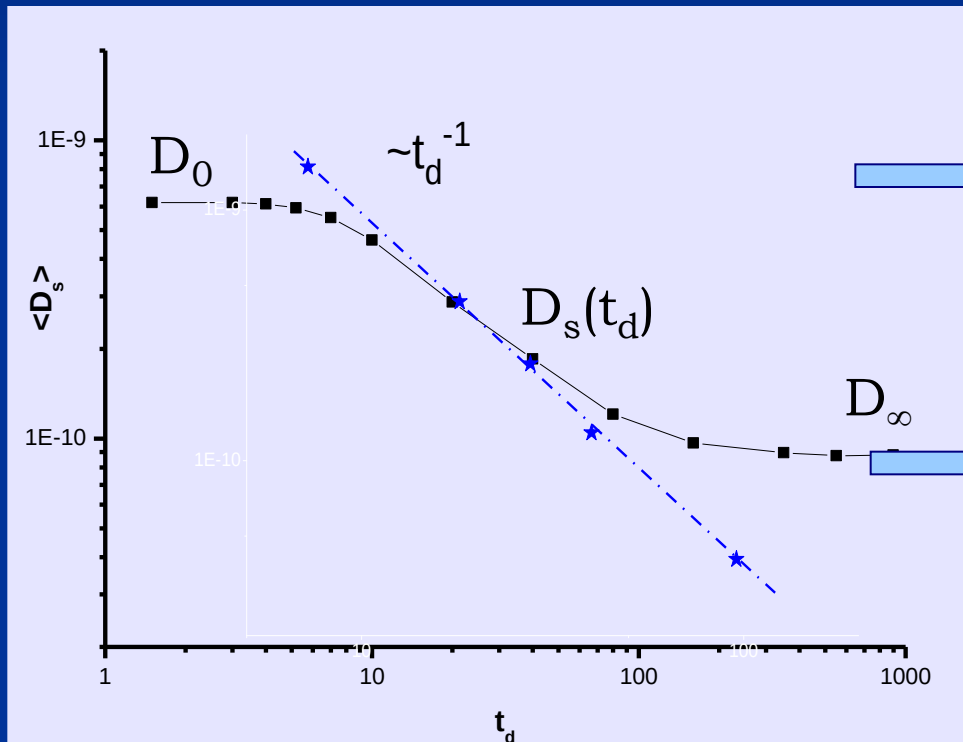
$$t_d \sim t_c$$

- длинно временной режим диффузии

$$t_d \gg t_c$$

Скейлинговый подход к анализу зависимости коэффициентов самодиффузии от времени диффузии

(Условие малости размера молекул)



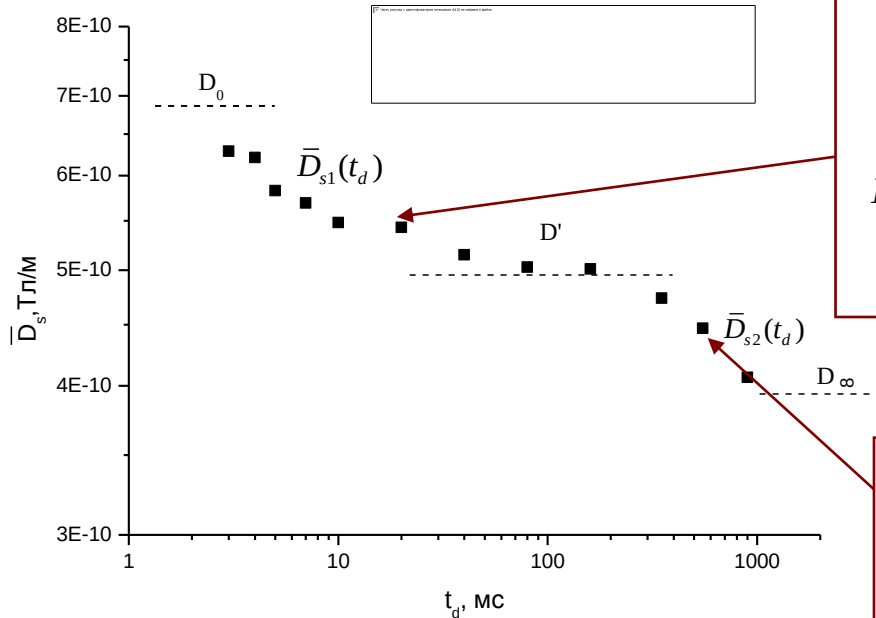
$$D_s^*(t_d) = \frac{D_0(D(t_d) - D_\infty)}{(D_0 - D(t_d))},$$

$$D_s^*(t_d) \propto t_d^{-1}$$

$$\langle r^2 \rangle = 6 \cdot t_d \cdot D_s^*$$

Отношение D_∞/D_0 характеризует проницаемость в случае полностью заполненных сред и степень соединенности зон локализации жидкости в случае частичного заполнения

ЯМР с ИГМП подход исследования пористых сред. Полное заполнение порового пространства



режим коротких времен диффузии

$$3ms > t_d > 40ms$$

$$D_{s1}^*(t_d) \propto t_d^{-1} : \left. \begin{array}{l} D_0 = 6.9 \cdot 10^{-10} m^2 / s \\ D_{\infty} \equiv D' = 4.68 \cdot 10^{-10} m^2 / s \end{array} \right\} \xi_1 = 5.6 \pm 0.4 \text{ мкм}$$

вторичная пористость
(микропоры)

режим длинных времен диффузии

$$t_d > 300ms$$

$$D_{s2}^*(t_d) \propto t_d^{-1} : \left. \begin{array}{l} D_0 = 6.9 \cdot 10^{-10} m^2 / s \\ D_{\infty} = 4.0 \cdot 10^{-10} m^2 / s \end{array} \right\} \xi_2 = 29.2 \pm 0.4 \text{ мкм}$$

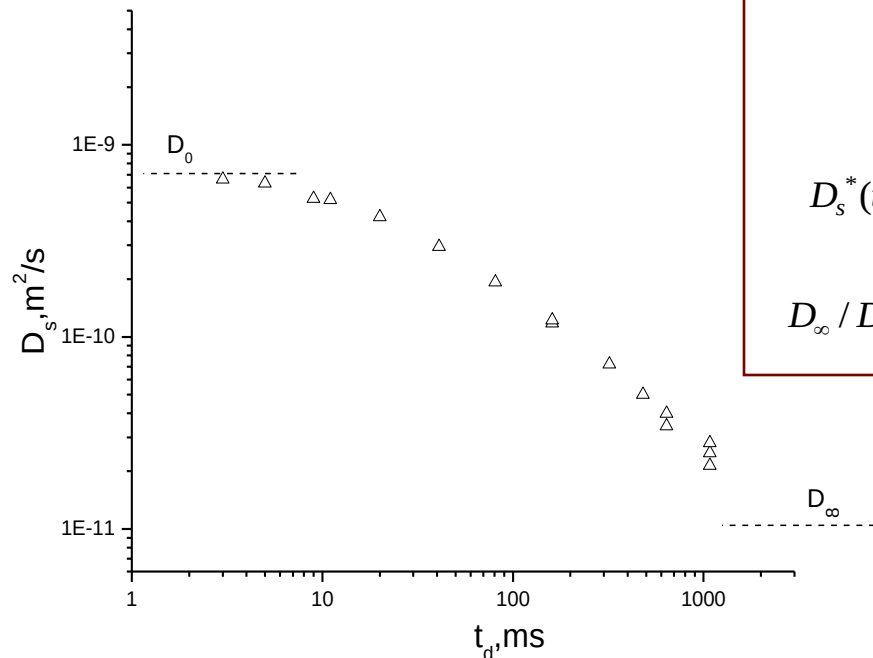
первичная пористость

(размер гранул ~ 90мкм)

Рис.5.2 Зависимость $\bar{D}_s(t_d)$ для кварцевого песка, полностью заполненного тридеканом.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ВНУТРЕННИХ ГРАДИЕНТОВ МАГНИТНОГО ПОЛЯ В ПОЛНОСТЬЮ И ЧАСТИЧНО ЗАПОЛНЕННЫХ ПОРИСТЫХ СРЕДАХ

ЯМР с ИГМП подход исследования пористых сред. Частичное заполнение порового пространства



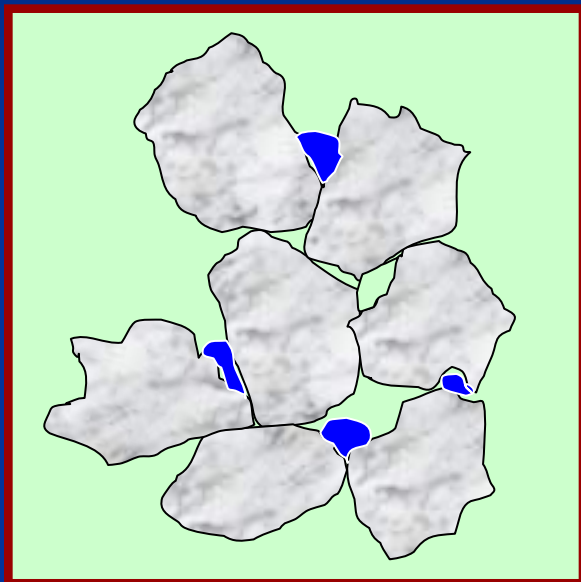
$$D_s^*(t_d) \propto t_d^{-1} : \left. \begin{array}{l} D_0 = 6.9 \cdot 10^{-10} m^2/s \\ D_\infty = 1 \cdot 10^{-11} m^2/s \end{array} \right\} \xi_r = 9.8 \pm 0.4 \mu m$$

$D_\infty / D_0 \leq 0.01$ - изолированные зоны локализации флюида



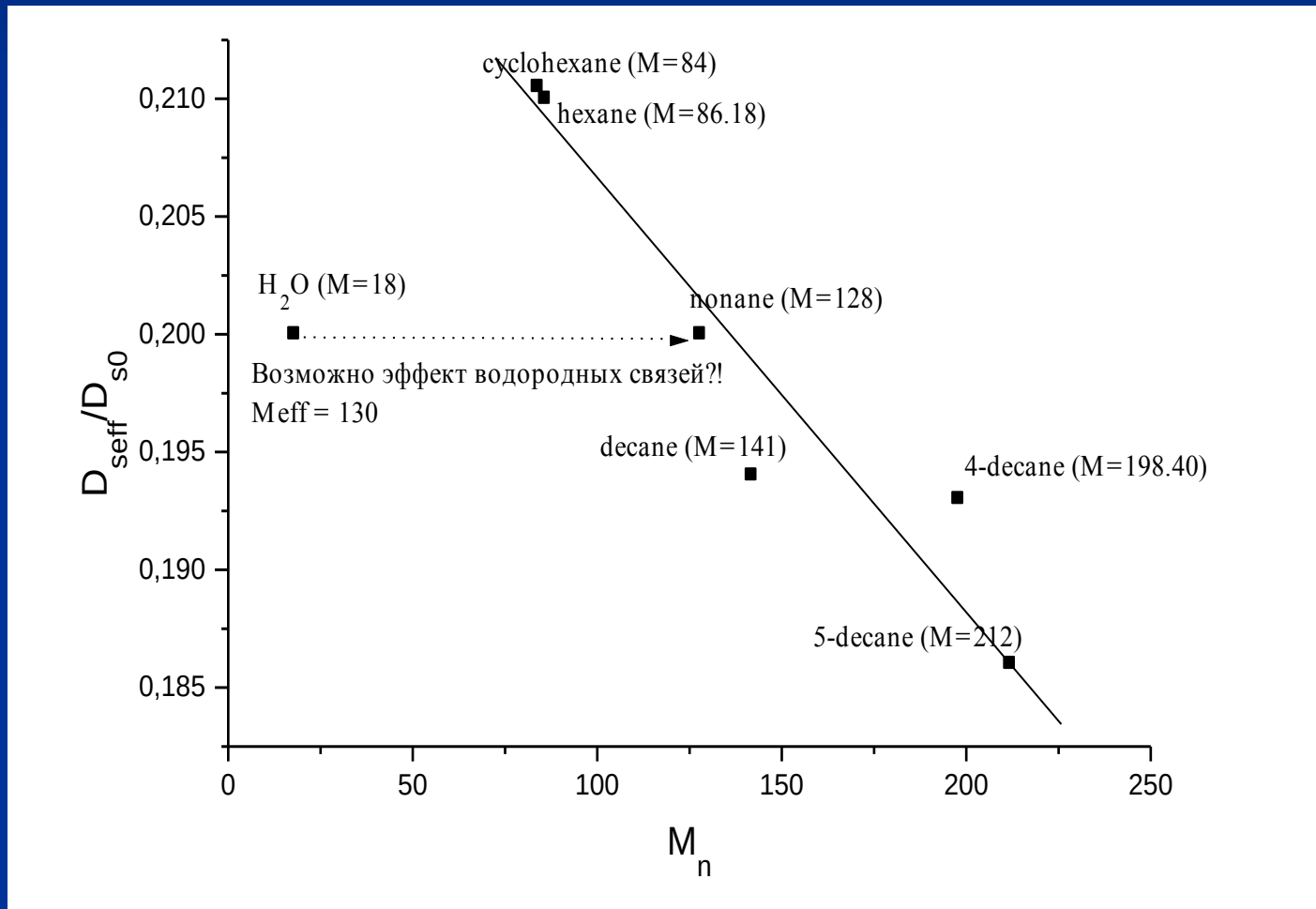
Рис.5.3 Зависимость $\bar{D}_s(t_d)$ для кварцевого песка, частично (20%) заполненного тридеканом.

Тау-сканнинг + DDif эксперимент + ЯМР с ИГМП для частично заполненного образца



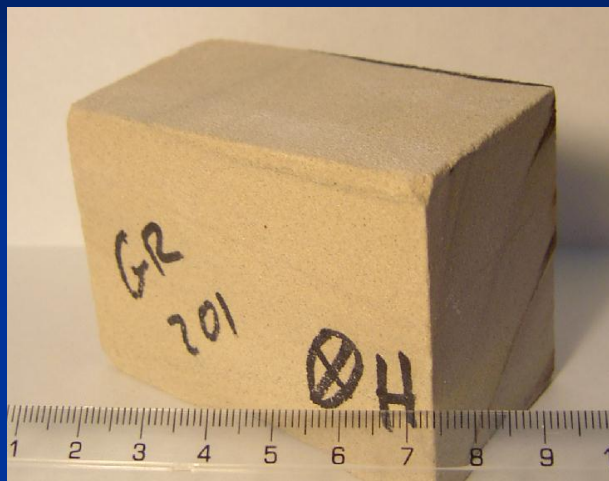
1. Жидкость в частично заполненном поровом пространстве кварцевого песка локализована в виде неких изолированных зон («капель»).
2. расположение «капель» в поровом пространстве — зоны с наибольшими полями и их градиентами
3. Диффузионное усреднение ВГМП в частично заполненном поровом пространстве происходит на расстояниях порядка размера зон локализации жидкости

Влияние размера молекул и анизотропии пористой среды

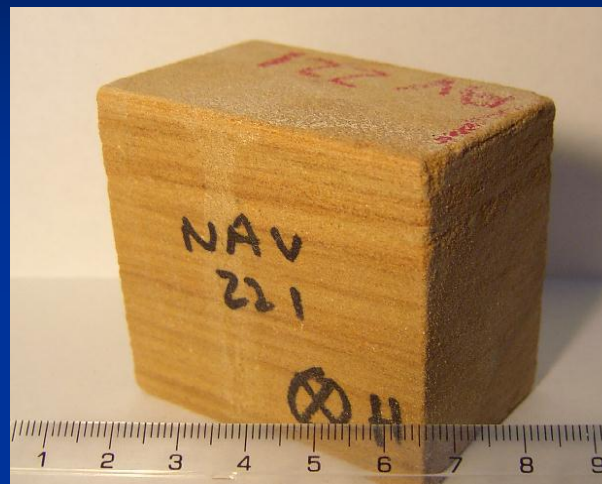


ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИРОДНЫХ КЕРНОВ GR-201 И NAV-221

Объекты исследования:



Керн GR-201

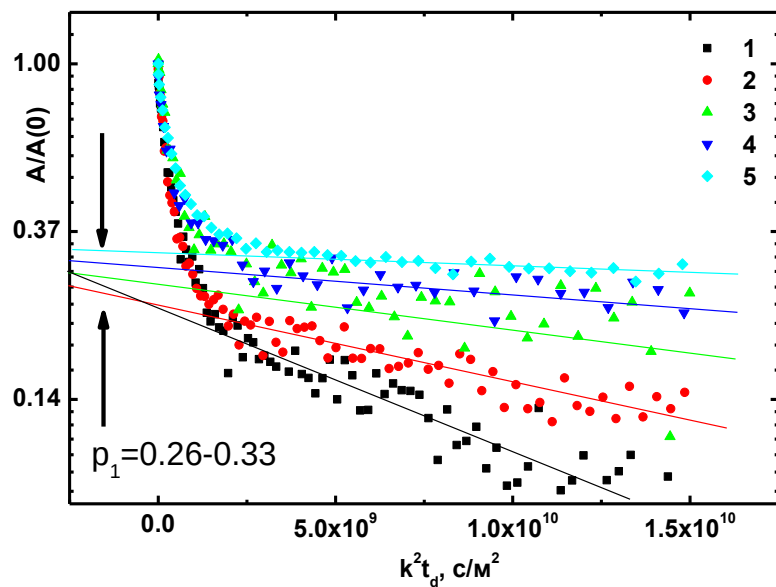


Керн NAV-221

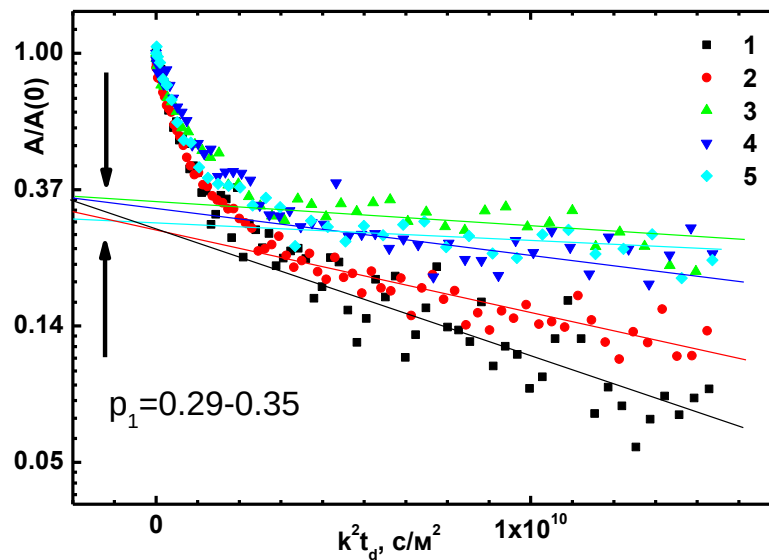
Керн	Пористость	Проницаемость перпендикулярно слоям, мД	Проницаемость параллельно слоям, мД
GR-201	16 %	5	50
NAV-221	17 %	10	90

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИРОДНЫХ КЕРНОВ GR-201 И NAV-221

Диффузионные измерения



Диффузионные затухания для системы GR-201 – гексан от времен диффузии: (1) - 11 мс (черные квадраты), (2) - 56 мс (кружки), (3) - 106 мс (треугольники вверх), (4) - 306 мс (треугольники вниз) и 806 мс (ромбы). Слоистая структура перпендикулярна направлению градиента магнитного поля.

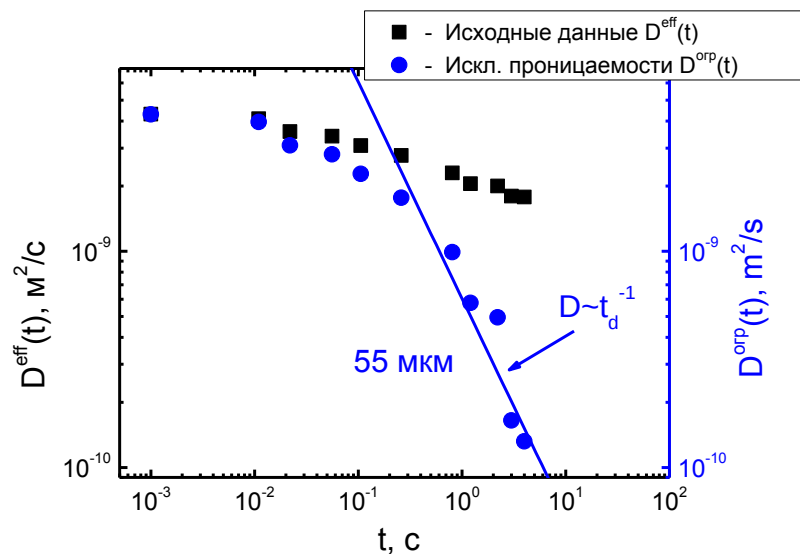


Диффузионные затухания для системы GR-201 – вода от времен диффузии: (1) - 11 мс (черные квадраты), (2) - 22 мс (кружки), (3) - 33 мс (треугольники вверх), (4) - 44 мс (треугольники вниз) и (5) - 88 мс (ромбы). Слоистая структура перпендикулярна направлению градиента магнитного поля.

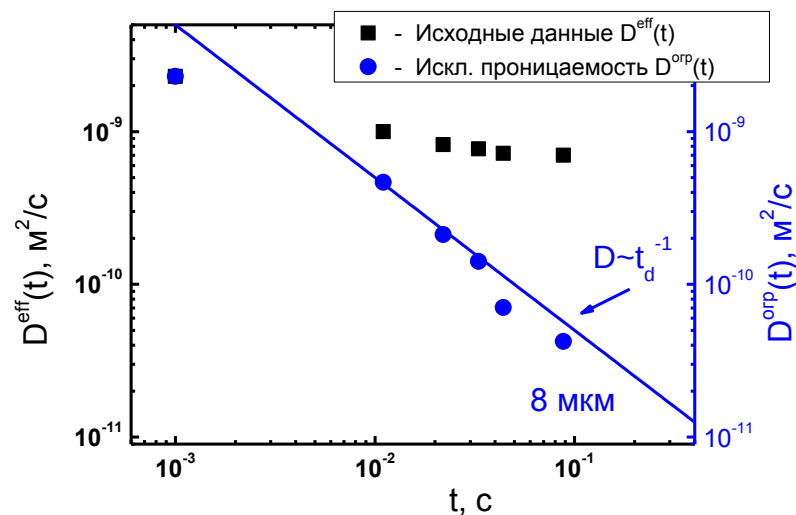
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИРОДНЫХ КЕРНОВ GR-201 И NAV-221

Диффузионные измерения

$$D^{\text{орп}}(t_d) = \left(D^{\text{эф}}(t_d) - D^{\text{эф}}(t_d \rightarrow \infty) \right) \frac{D_0}{D_0 - D^{\text{эф}}(t_d)}$$



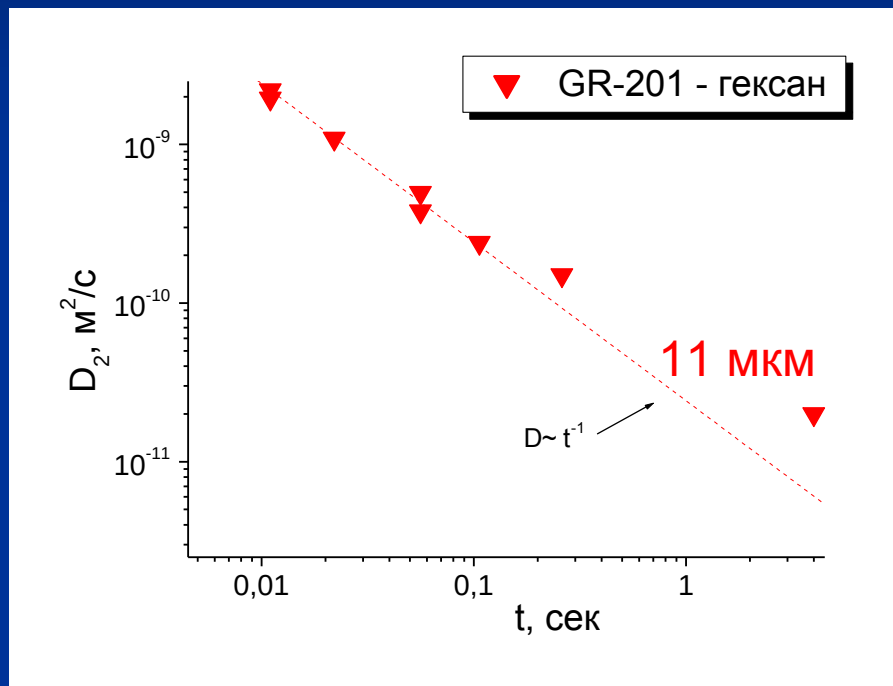
Зависимость среднего КСД от времени диффузии для образца GR-201 - гексан.



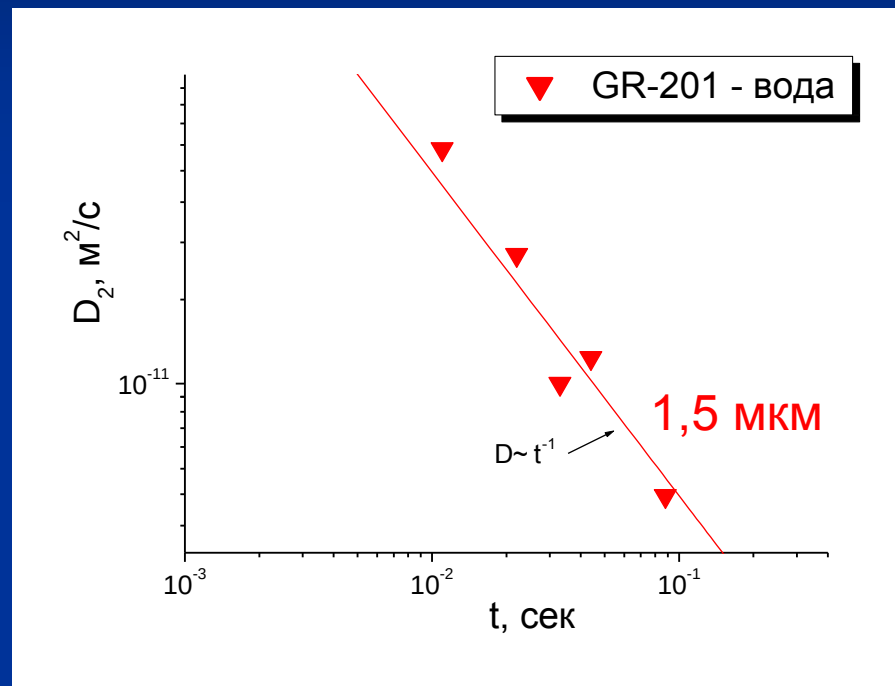
Зависимость среднего КСД от времени диффузии для образца GR-201 - вода.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИРОДНЫХ КЕРНОВ GR-201 И NAV-221

Диффузионные измерения



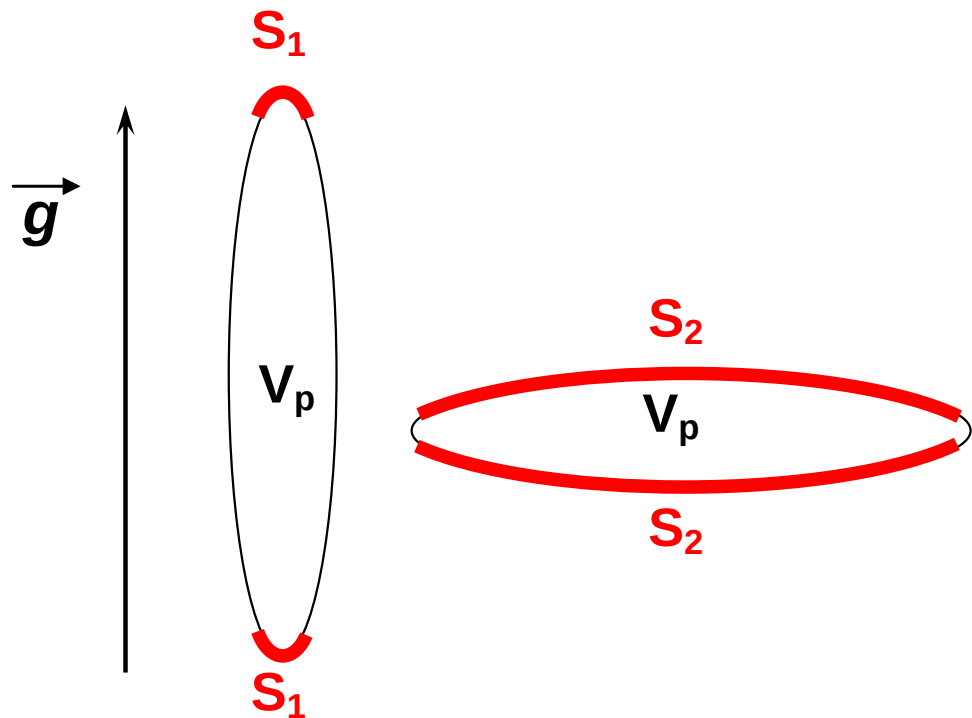
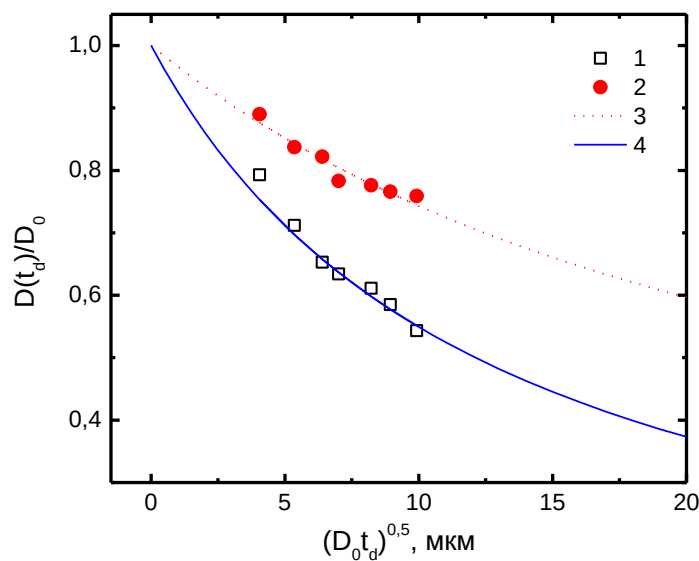
Зависимость КСД медленной компоненты от времени диффузии для образца GR-201 – гексан.



Зависимость КСД медленной компоненты от времени диффузии для образца GR-201 – вода

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИРОДНЫХ КЕРНОВ GR-201 И NAV-221

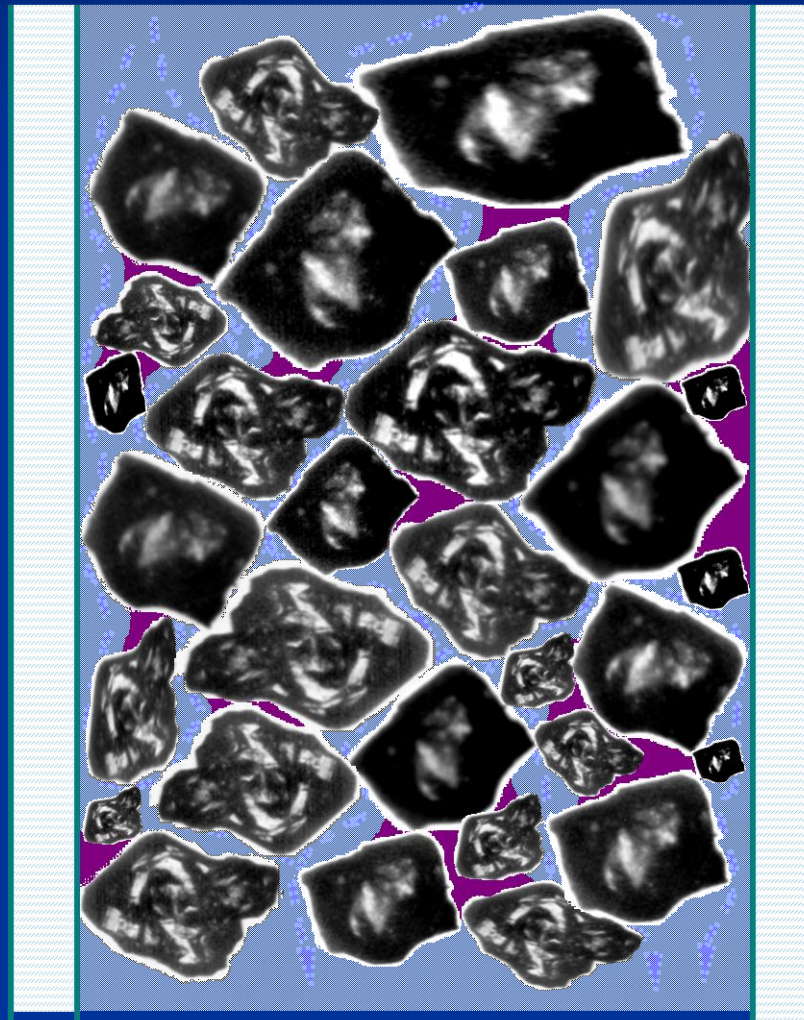
Диффузионные измерения



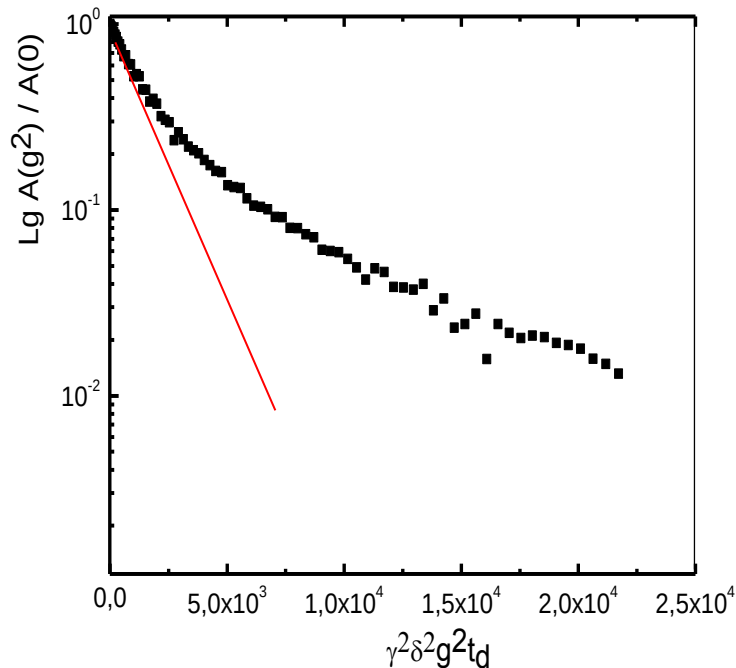
Зависимость КСД керна, насыщенного гексаном, для перпендикулярной (1) и параллельной (2) ориентацией слоистой структуры. Расчетные кривые (3,4) проведены по формуле для перпендикулярной ($\tau=5$) и параллельной ($\tau=50$) ориентации слоистой структуры.

Исследование
трансляционной
подвижности молекул в
пористых средах в
условиях потока

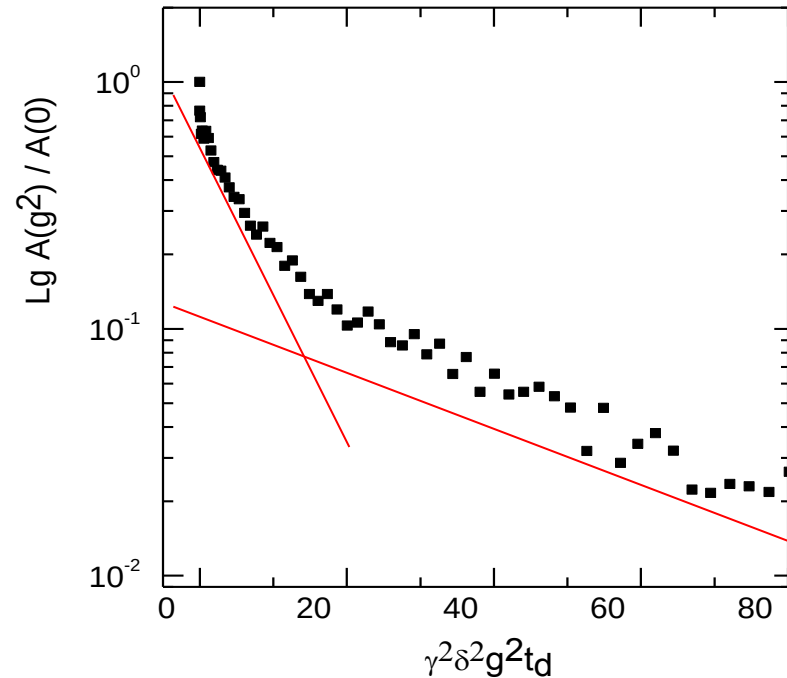
Образование застойных зон в природном песке



Определение относительной доли молекул, не вовлеченных в поток



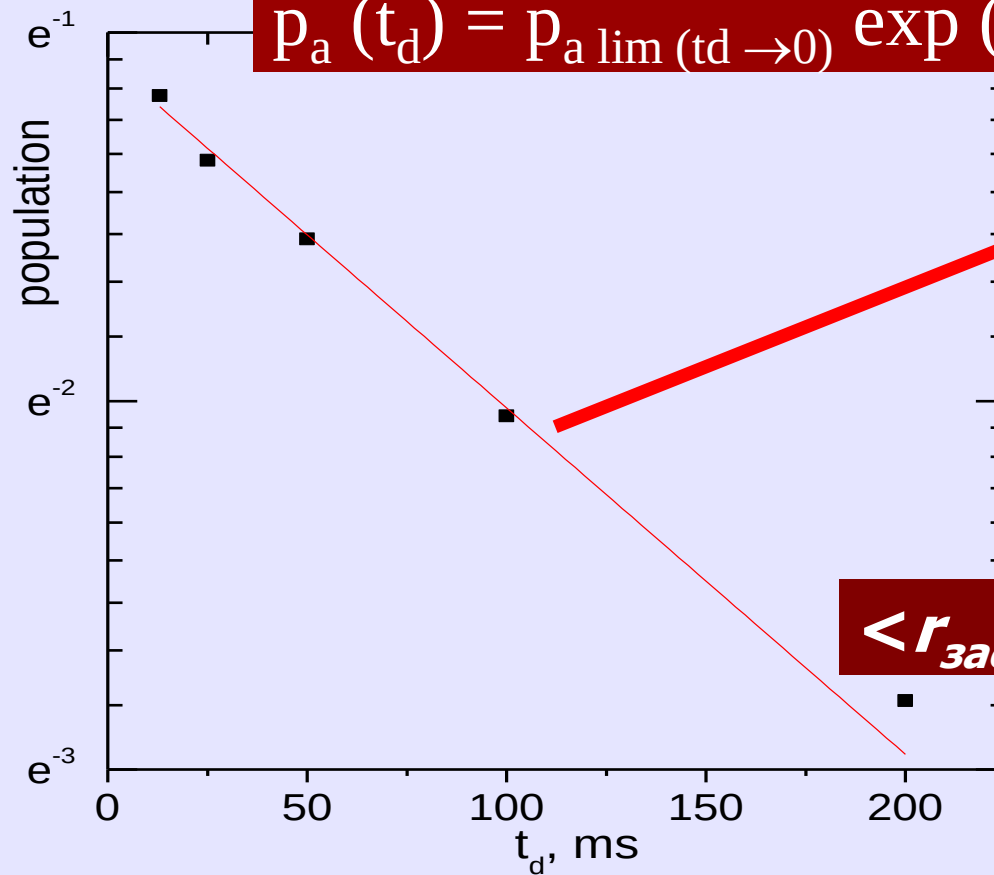
Диффузионное затухание амплитуды эхо в природном песке при $t_d = 200$ мс и $\tau = 2.2$ мс



Диффузионное затухание амплитуды эхо в природном песке при $t_d = 200$ мс и $\tau = 2.2$ мс при скорости потока $V = 13$ мм/с

Форма диффузионного затухания зависит от времени диффузии!

Оценка пространственных размеров областей, занимаемых жидкостью, не вовлеченной в поток.



$$p_a(t_d) = p_{a \lim}(t_d \rightarrow 0) \exp(-t_d / \tau_h)$$

$$\tau_h = 106 \text{ ms}$$

$$\langle r_{\text{застойные зоны}} \rangle = 28 \pm 3 \text{ мкм}$$

Зависимость населенности компоненты воды, не вовлеченной в поток от времени диффузии t_d при $\tau = 2.2$ мс при скорости потока = 13 мм/с



Оборудование для научных исследований

Установка ЯМР Bruker Ascend 400WB:

- получение спектров ЯМР высокого разрешения;
- изучение ядерной магнитной релаксации;
- исследование самодиффузии;
- томография.

Установка ЯМР Varian Oxford NMR 300:

- изучение ядерной магнитной релаксации;
- исследование самодиффузии.







Оборудование для ЯМР каротажа

Мобильная установка ЯМР Керн 1-8:

проведение экспресс петрофизических исследований полноразмерных кернов непосредственно на буровой скважине.

Прибор ЯМК-1:

проведение ЯМР каротажа с глубиной исследования 200-230 мм .

Лабораторная установка ЯМР для исследования кернов:

проведение томографических магнитно-резонансных исследований полноразмерных кернов .





Технические характеристики «ЯМР Керн 1-8»

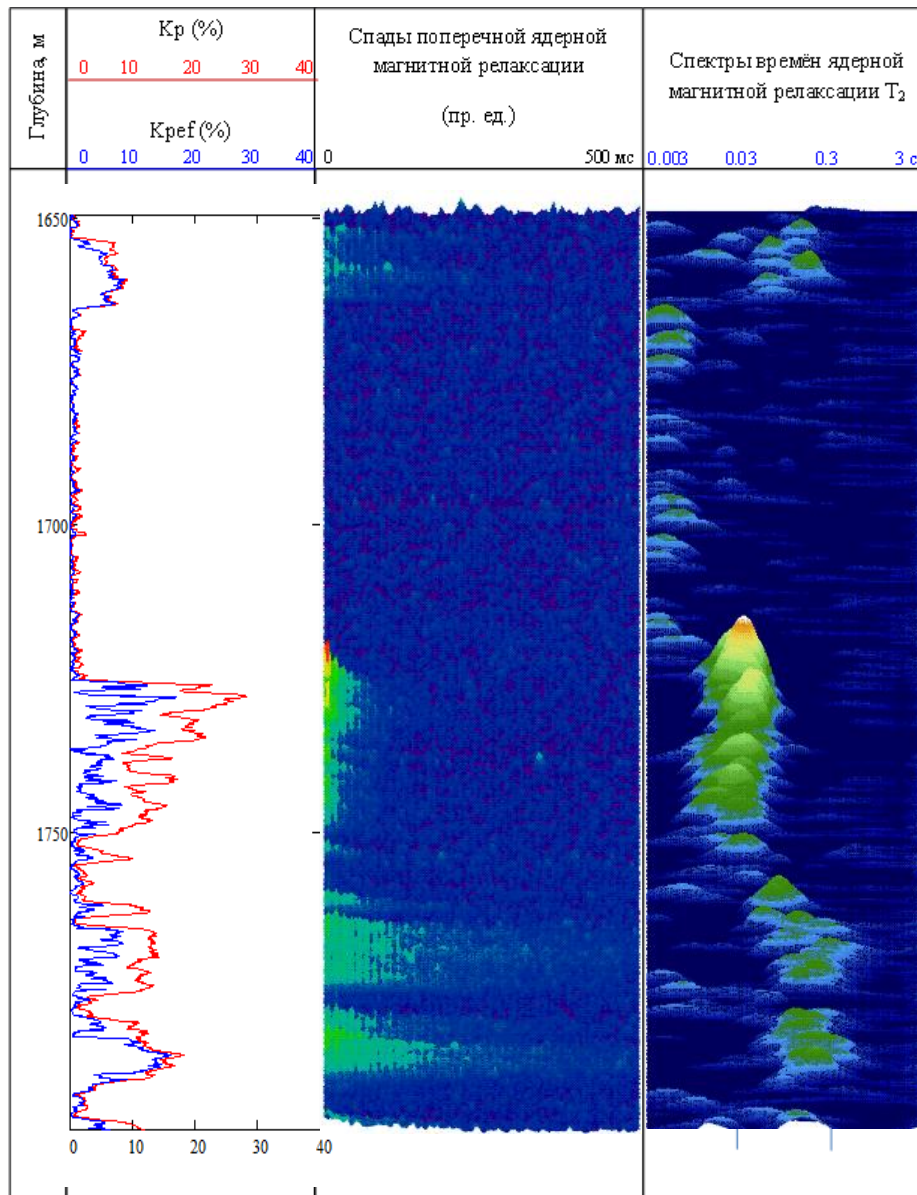
Характеристика	Значение или диапазон
Диапазон времён поперечной релаксации (T_2)	0.0005÷5 сек
Диапазон времён продольной релаксации (T_1)	0.01÷10 сек
ЯМР - пористость (ϕ): общая пористость, эффективная пористость, разделение на бины	1÷100%
Время сканирования 1 керна через 1 см : - стандартная активация КППМГ для T_2 -15-кратная активация для T_2 и T_1 - измерение КСД , D_s и T_2	10 мин 40 мин 40 мин
Точность позиционирования и толщина скан-слоя	1 мм 10 мм
Частота резонанса ^1H (ν)	8 МГц
Вес	350 кг
Максимальный диаметр образца	116 мм
Максимальная длина образца	1500 мм





Технические характеристики «ЯМК-1»

Характеристика	Значение или диапазон
Глубинность исследования	185-215 мм
Толщина резонирующего слоя	25 мм
Разрешение по вертикали	30-150 мм
Диапазон времён поперечной релаксации (T_2)	0.003÷3 сек
Диапазон времён продольной релаксации (T_1)	0.01÷10 сек
Режим расчёта характеристик ФЕС	в реальном режиме времени
Время подготовки к работе	40 мин
Частота резонанса ^1H (ν)	362 кГц
Вес (2 разборных блока)	250 кг (100 и 150 кг)
Диаметр (с центраторами)	155 мм (176 мм)
Длина (2 разборных блока)	7100 мм (4100 и 3000 мм)
Максимальное рабочее давление	800 атм
Максимальная рабочая температура	150 °C



Стандартная активация T_2 :

- Амплитуда ЯМР сигнала первого эхо калиброванная на общую пористость по эталонному образцу с выделенной эффективной пористостью по заданному значению $T_{2\text{cutoff}}$;
- Спад поперечной намагниченности в последовательности Карра-Парселла;
- Спектры времён спин-спиновой релаксации, полученные в реальном режиме времени эксперимента.

ЯМР-исследования керна



ЭЛЕКТРОННЫЙ БЛОК ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ БЛОК



МАГНИТНАЯ СИСТЕМА



**ЛАБОРАТОРНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ
ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛНОРАЗМЕРНЫХ КЕРНОВ
МЕТОДОМ ЯДЕРНОГО МАГНИТНОГО
РЕЗОНАНСА**



Основные характеристики ЯМР-КЕРН (Л)



Характеристика	Значение
Диаметр исследуемых образцов	до 116 мм
Длина кюветы для керна	1000 мм
Частота резонанса на протонах	64 МГц
Максимальный градиент магнитного поля в импульсе	1.0 Тл/м
Вес лабораторного варианта	950 кг
Суммарная площадь помещений, занимаемых блоками лабораторного варианта установки «ЯМР-Керн»	35 м ²
Точность позиционирования керна	1 мм
Пространственное разрешение вдоль керна	2 мм

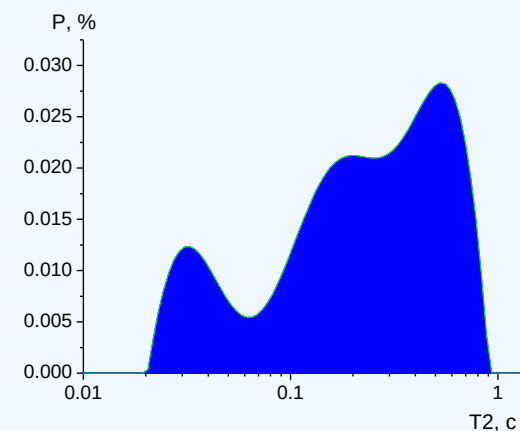
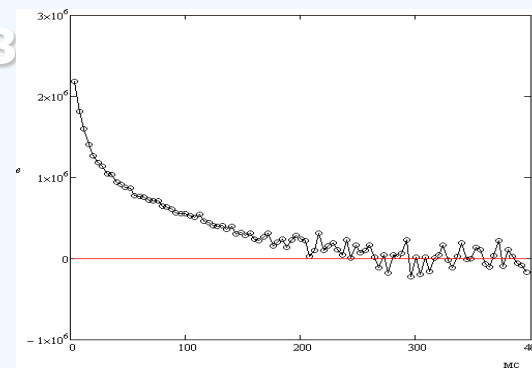




Характеристика	Значение
Время поперечной релаксации (T2)	0.0005÷5 сек
Время продольной релаксации (T1)	0.01÷10 сек
ЯМР - пористость (φ)	1÷100%
Томографические исследования	X, Y, Z срезы

Спектры времен релаксации позволяют получить объединенную информацию о распределении пор по размерам, типизации и состоянии флюида в пористом пространстве

Из



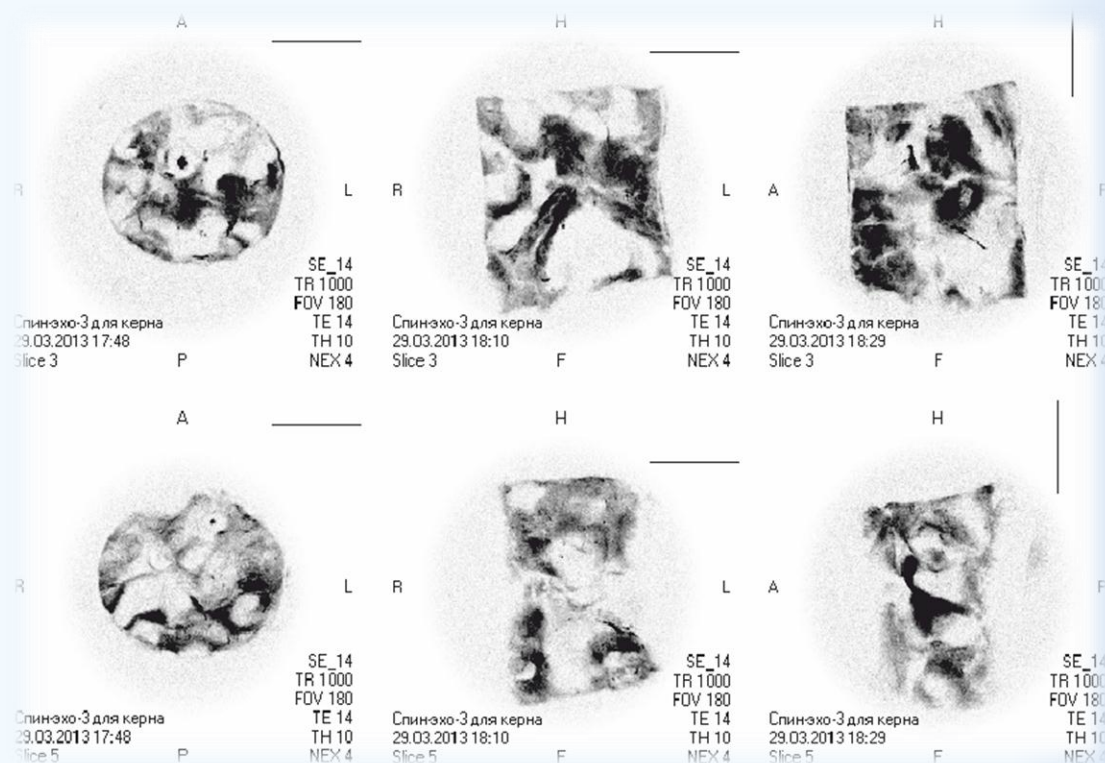
Томографические исследования (МРТ)



ОБРАЗЕЦ КЕРНА

Томографические исследования позволяют характеризовать распределение флюида в объеме образца керна, связанное с неоднородностью его структуры

ПРИМЕР ТОМОГРАММ ВОДОНАСЫЩЕННОГО ОБРАЗЦА КЕРНА



Особенности исследования методом ЯМР



При исследованиях методом ЯМР сложных природных объектов (кернах, образцов пород) получаемая информация носит объединенный характер, поскольку имеет место одновременное влияние многих факторов:



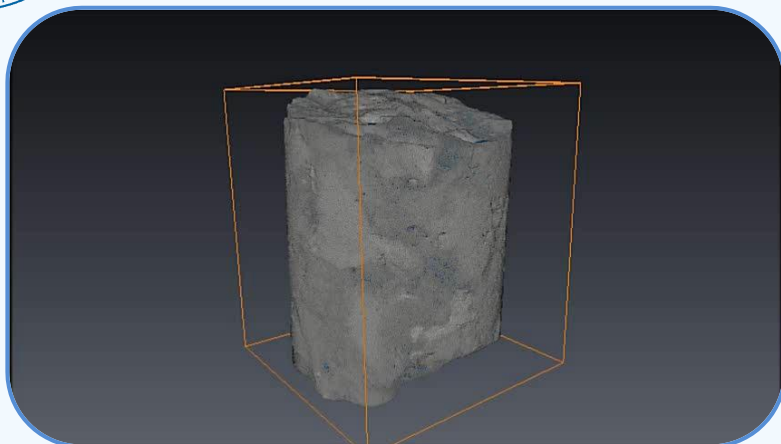
- **Размер, геометрия пор и распределение пор по размерам**
 - **Тип поверхности пор** (*смачиваемость, наличие парамагнитных примесей*)
 - **Тип флюида** (*полярность, вязкость*) **и распределение флюида в объеме поры**
 - **Состояние флюида** (*свободный/связанный*)
-

Для повышения однозначности получаемой информации необходимо проведение комплексных исследований образцов, в том числе с применением МЕТОДОВ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОМОГРАФИИ, позволяющей получить данные о размерах и геометрии пор безотносительно к содержанию, типу и состоянию флюида

3D томография керна (КТ)

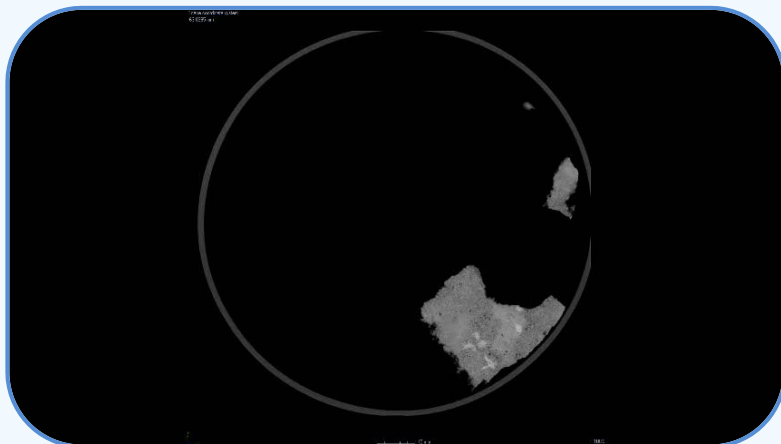


3D ТОМОГРАФИЯ КЕРНА



ОБЩИЙ ВИД

ИСХОДНЫЙ ОБРАЗЕЦ КЕРНА



ВИД СВЕРХУ

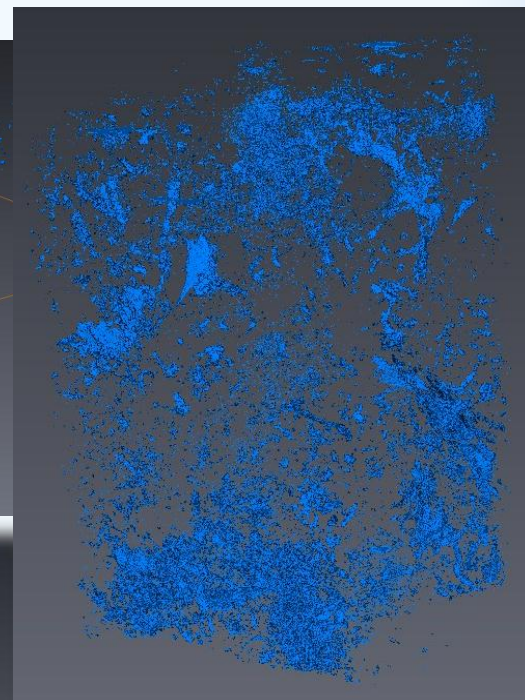
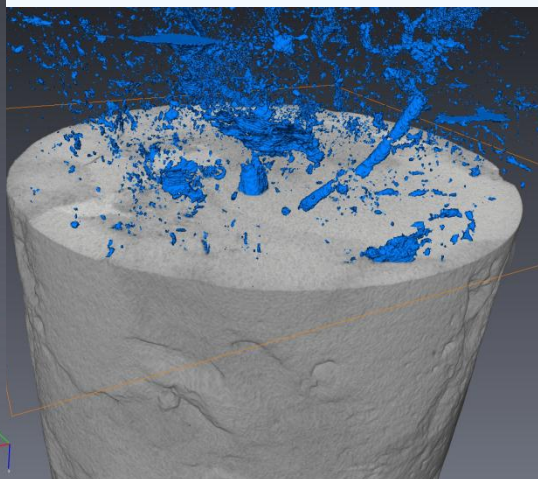
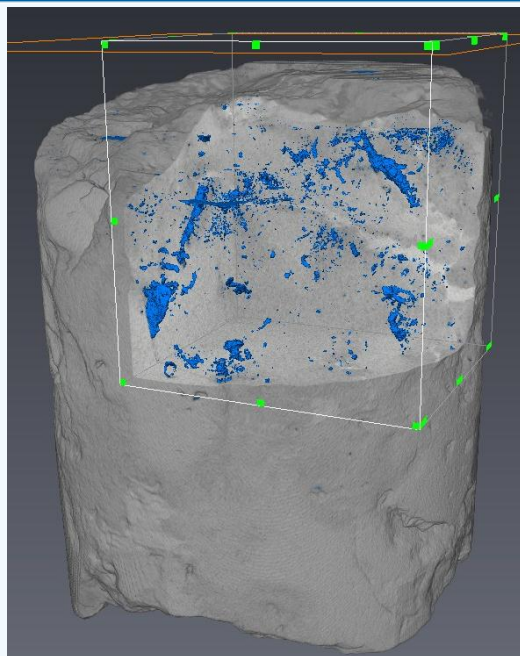


**МИКРОФОКУСНАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ СИСТЕМА
ДЛЯ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ 3D
V|TOME|X S 240**

3D томография керна (КТ)



ЭТАПЫ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ ТОМОГРАФИИ



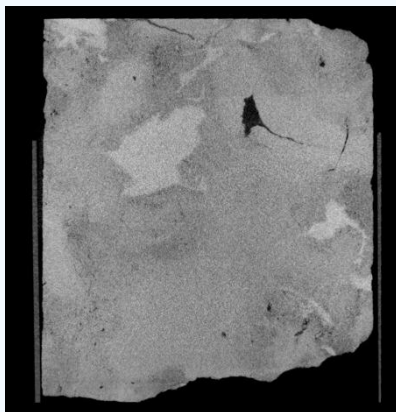
ПОРОВОЕ ПРОСТРАНСТВО



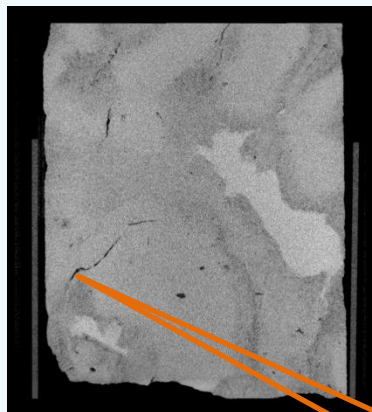
Возможности 3D томографии (КТ)



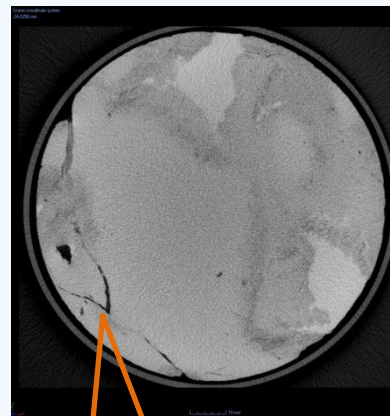
плоскость X



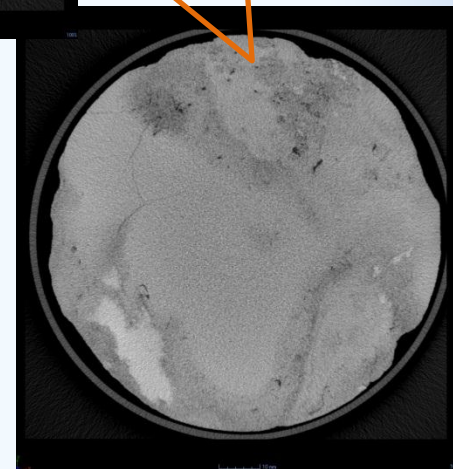
плоскость Y



плоскость Z

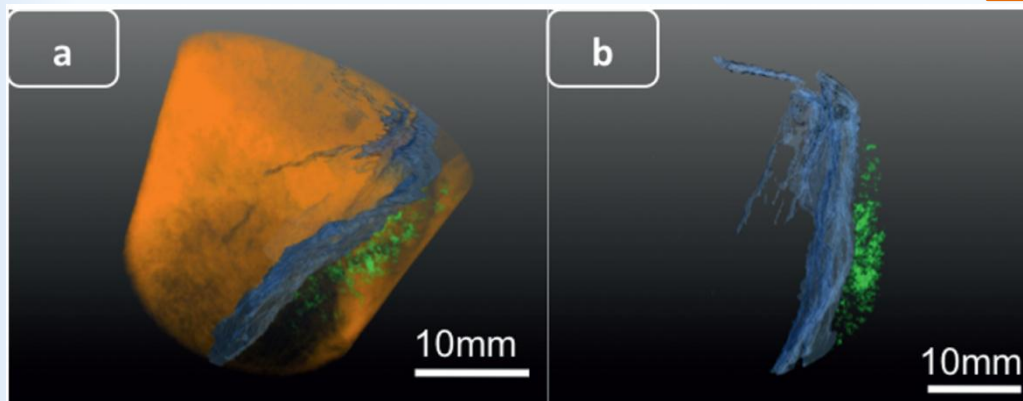


область
кавернозности



3D-изображение трещины

трещины



Анализ пространственного положения трещин с раскрытостью от 0.1 до 1 мм (в дополнение к данным скважинных сканеров)

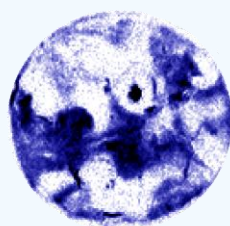
Комплексные исследования керна



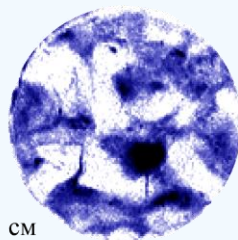
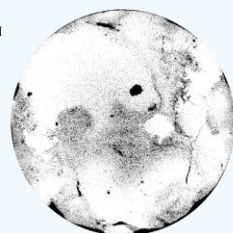
Магнитно-резонансная томография

Рентгеновская компьютерная томография

Содержание жидкости ↑



1065 м



1067 м

1 см

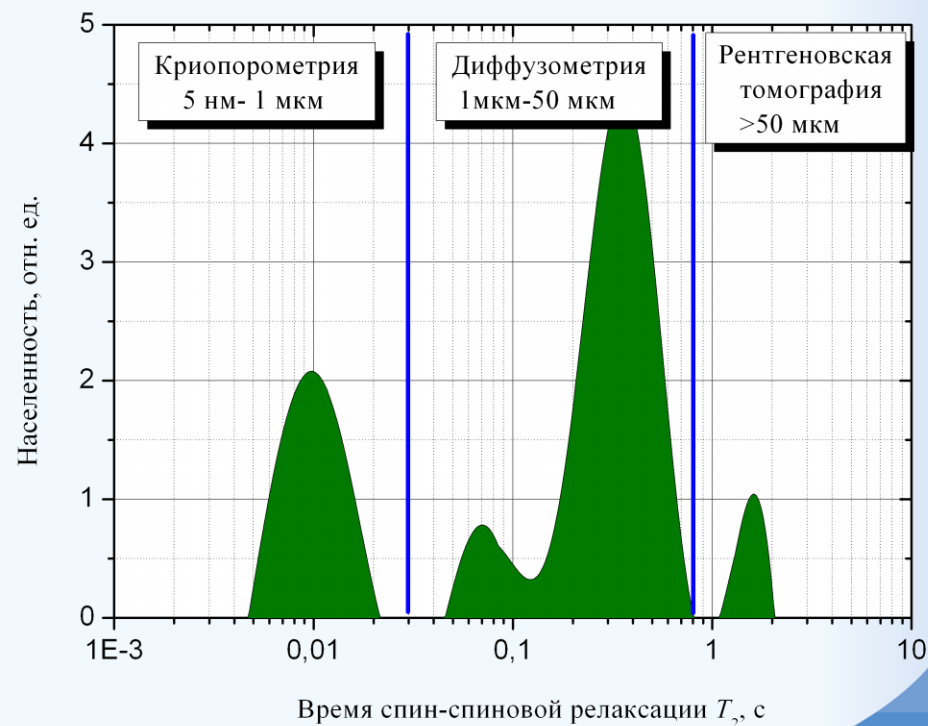
↑
Плотность



ИЗОБРАЖЕНИЕ СЛОЕВ ПОЛНОРАЗМЕРНОГО КАРБОНАТНОГО КЕРНА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНИТНО-РЕЗОНАНСНОЙ ТОМОГРАФИИ И РЕНТГЕНОВСКОЙ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ. КОМПЛЕКСНОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОВ ПОЗВОЛЯЕТ ОСУЩЕСТВИТЬ ИЗМЕРЕНИЕ ПОРИСТОСТИ И ФЛЮИДОНАСЫЩЕННОСТИ КЕРНОВ.

ХАРАКТЕРНЫЙ ВИД СПЕКТРА ВРЕМЕНИ РЕЛАКСАЦИИ T_2 ФЛЮИДОВ В КЕРНЕ.

СООТВЕТСТВИЕ ЛИНИЙ В СПЕКТРЕ ДОСТИГАЕТСЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ



Перспективы развития



Разработка методик исследования образцов керна и насыщающих флюидов с целью последующего внедрения в практику исследований мобильными установками

Модификация установки:

- **Для измерения в условиях, приближенных к пластовым (давление и температура)**
- **Для изучения свойств керна в условиях фильтрации (при наличии градиента давления)**
- **Создание «исследовательского» зонда для получения высокоразрешенной информации**



Спасибо за внимание!

