



- (51) Международная патентная классификация :
Неклассифицировано
- (21) Номер международной заявки : PCT/RU20 12/000983
- (22) Дата международной подачи :
28 ноября 2012 (28.11.2012)
- (25) Язык подачи : Русский
- (26) Язык публикации : Русский
- (30) Данные о приоритете :
201 115 1772 20 декабря 201 1 (20.12.201 1) RU
- (71) Заявитель (только для GB, JP, NL): ШЛЮМБЕРЖЕ
ХОЛДИНГС ЛИМИТЕД (SCHLUMBERGER
HOLDINGS LIMITED); Крейгмуир Чэмерс, А Я. 71
Рoad Таун, Тортولا, Tortola (VG).
- (71) Заявитель (только для CA): ШЛЮМБЕРЖЕ
КАНАДА ЛИМИТЕД (SCHLUMBERGER CANADA
LIMITED) [CA/CA]; 7 Флор, 525-3 Авеню С В. О Клэр
Плэйс 1 Альберта, Калгари, Т2П ОГ 4, Т2П ОГ 4, Alberta
(CA).
- (71) Заявитель (только для AL, AU, AZ, BG, CO, CZ, DE,
DK, GQ, GR, HU, ID, IE, IL, IT, KR, KZ, LT, MX, MY,
NO, NZ, OM, PL, RO, RU, SI, SK, TD, TM, TN, TR, TT,
UZ, ZA): ШЛЮМБЕРЖЕ ТЕХНОЛОДЖИ Б.В.
(SCHLUMBERGER TECHNOLOGY B.V.) [NL/NL];
Паркштраат 83-89, Гаага, NL-25 14 ЙГ, The Hague (NL).
- (71) Заявитель (только для FR): СЕРВИСЕС
ПЕТРОЛИЕРС ШЛЮМБЕРЖЕ (SERVICES PET -
ROLIERS SCHLUMBERGER) [FR/FR]; 42 рю Сент
Доминик, Париж, F-75007, Paris (FR).
- (71) Заявитель (для всех указанных государств, кроме AL,
AU, AZ, BG, CA, CO, CZ, DE, DK, FR, GB, GQ, GR, HU,
ID, IE, IL, IT, JP, KR, KZ, LT, MX, MY, NL, NO, NZ, OM,
PL, RO, RU, SI, SK, TD, TM, TN, TR, TT, US, UZ, ZA):
ПРАД РИСЕЧ ЭНД ДЕВЕЛОПМЕНТ ЛИМИТЕД
(PRAD RESEARCH AND DEVELOPMENT LIM-
ITED); Крейгмуир Чэмберс, А Я. 71, Рoad Таун,
Тортولا, Tortola (VG).
- (72) Изобретатель ; и
- (71) Заявитель (только для US): НАДЕЕВ, Александр
Николаевич (NADEEV, Alexander Nikolaevich)
[RU/RU]; ул. Бакинская, 19-60, Москва, 1155 16, Мо-
scow (RU).
- (72) Изобретатели : ЧУВИЛИН, Евгений Михайлович
(CHUVILIN, Evgeny Mikhailovich); Перервинский б-р,
19-60, Москва, 109469, Moscow (RU). ПОПОВА,
Ольга Владимировна (POPOV A, Olga Vladimirovna);
Плавский пр-д, 5-225, Москва, 117042, Moscow (RU).
- (74) Агент : АРХИПОВА, Вера Николаевна (ARKHI-
POVA, Vera Nikolaevna); Технологическая компания
Шлюмберже, ул. Пудовкина, 13, Москва, 119285, Мо-
scow (RU).
- (81) Указанные государства (если не указано иначе, для
каждого вида национальной охраны): AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,
RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ,
TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW.
- (84) Указанные государства (если не указано иначе, для
каждого вида региональной охраны): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), евразийский (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), европейский патент (AL, AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,
LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE,
SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,
GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Опубликована :
— без отчёта о международном поиске и с повторной
публикацией по получении отчёта (правило 48.2(g))

(54) Title: METHOD FOR EXAMINING SAMPLES OF UNCONSOLIDATED POROUS MEDIA

(54) Название изобретения : СПОСОБ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБРАЗЦОВ НЕКОНСОЛИДИРОВАННЫХ ПОРИСТЫХ СРЕД

(57) Abstract: A sample of unconsolidated porous media is frozen and brought into contact at a negative temperature with a frozen solution of a radiopaque agent. Once the sample is saturated, computer X-ray microtomography of the sample is carried out at negative temperatures and the spatial distribution and concentration of ice inclusions and/or gas hydrate inclusions and, likewise, open and closed porosity, pore size distribution, and specific surface area in the sample are determined by analysis of the computed tomography image obtained.

(57) Реферат : Образец неконсолидированных пористых сред замораживают и в условиях отрицательной температуры приводят в контакт с замороженным раствором рентгеноконтрастного агента. По окончании насыщения образца проводят компьютерную рентгеновскую микротомографию образца при отрицательных температурах и путем анализа полученного компьютерного томографического изображения определяют пространственное распределение и концентрацию ледяных и/или газогидратных включений, открытую и закрытую пористость, распределение пор по размерам, удельную поверхность в образце.

СПОСОБ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБРАЗЦОВ НЕКОНСОЛИДИРОВАННЫХ ПОРИСТЫХ СРЕД

Изобретение относится к области исследования образцов неконсолидированных пористых сред, и может быть использовано для изучения и открытой или закрытой пористости, распределения пор по размерам, удельной поверхности, пространственного распределения и концентрации ледяных и/или газогидратных включений в поровом пространстве образцов, определения размера включений и т.д.

Большинство методов исследования свойств пористых структур, в частности петрофизических свойств горных пород, разработано для консолидированных материалов (В.М. Добрынин, Б.Ю. Венделытейн, Д.А. Кожевников, Петрофизика (физика горных пород), М.: "Нефть и газ" РГУ нефти и газа им. И.М. Губкина, 2004 год. - 368 с. ISBN 5-7246-0295-4; Гудок Н.С., Богданович Н.Н., Мартынов В.Г. Определение физических свойств нефтеводосодержащих пород, М.: ООО «Недра - Бизнесцентр», 2007 год. - 592 с. ISBN 978-5-8365-0298-0). Для исследования слабосцементированных пород требуется специальное оборудование и модификация известных методов, чтобы во время измерений сохранялась структура порового пространства и объем образца (US Pat. 4587857, Method for mounting poorly consolidated core samples). Часто возникает необходимость склеивать образцы искусственным цементом, тем самым нарушая естественные свойства (US Pat. 3941 191, Method of consolidating unconsolidated or insufficiently consolidated formations). Известны также и методы исследования, предусматривающие предварительное замораживание образцов неконсолидированных пористых сред (см., например, О. Torsaeter, The

effect of freezing of slightly consolidated cores, SPE Formation Evaluation, 1987, v.2, N 3, p.357-360).

Однако эти исследования не позволяют идентифицировать поровые льдо и гидратные образования, являющиеся естественными цеменами для неконсолидированного материала, в силу их низкой контрастности, что в свою очередь ведет к неточностям в определении характеристик порового пространства.

Технический результат, достигаемый при реализации изобретения, заключается в обеспечении четкого отделения (визуализации) ледяных и/или гидратных образований от твердой матрицы неконсолидированного пористого материала за счет улучшения контрастности цементирующего материала (льда/гидратных образований), что позволяет производить расчеты характеристики пористого материала и оценки пространственного распределения и концентрирования льда и/или газовых гидратов в поровом пространстве с помощью анализа рентгеновских изображений.

В соответствии с заявленным способом исследования образцов неконсолидированных пород образец предварительно замораживают, в условиях отрицательной температуры приводят в контакт с замороженным раствором рентгеноконтрастного агента, по окончании насыщения образца проводят компьютерную рентгеновскую микротомографию образца при отрицательных температурах и определяют петрофизические характеристики и пространственное распределение, концентрацию ледяных и/или газогидратных включений путем анализа полученного компьютерного томографического изображения.

В качестве рентгеноконтрастного агента используют водорастворимое соединение, в состав которого входит химический

элемент , обладающий высокой степенью ослабления рентгеновское излучение .

В качестве химического элемента , обладающего способностью ослаблять рентгеновское излучение , используют элемент с большим атомным весом , а водорастворимое соединение представляет собой его соль или оксид .

В качестве элемент с большим атомным весом может быть использован тяжелый металл из группы Pb, Ba, Sr, Ra и др.

Контакт образца с замороженным раствором рентгеноконтрастного агента осуществляют при температуре ниже температуры фазового перехода лед-вода , то есть плавления льда в образце , предпочтительно от -7°C до -10°C .

Предварительно исследуемый образец мерзлых пород и замороженный раствор рентгеноконтрастного агента могут быть выдержаны при температуре от -7°C до -10°C до стабилизации температуры по образцу .

Компьютерную рентгеновскую микротомографию образца проводят в условиях отрицательной температуры , во избежание плавления льда /газогидрата в поровом пространстве , предпочтительно , при температуре -7°C до -10°C .

Изобретение поясняется чертежом , где на фиг. 1 приведен фрагмент изображения 2-х мерного среза 3-х мерной цифровой модели неконсолидированного речного песка , сцементированного льдом . Изображение получено с помощью эксперимента по рентгеновской микро томографии проводимой при температуре -10°C . Данное изображение получено с применением рентгеноконтрастного агента .

В основе метода рентгеновской микротомографии лежит реконструкция пространственного распределения линейного

коэффициента ослабления (ЛКО) рентгеновского излучения в тонких слоях исследуемого образца с помощью компьютерной обработки проекции рентгеновских лучей в различных направлениях вдоль исследуемого слоя.

Величина ЛКО в каждом материале зависит от химического состава, плотности вещества и от энергии излучения:

$$\mu = \mu_m \rho,$$

μ_m — массовый коэффициент затухания под воздействием рентгеновского излучения ($\text{см}^2/\text{г}$), ρ — плотность ($\text{г}/\text{см}^3$).

Заявленное изобретение основано на эффекте диффузии ионов водорастворимых соединений элементов, обладающих способностью ослаблять рентгеновское излучение (например, солей тяжелых металлов), по твердой фазе льда/гидрата в поровом пространстве пород при низких температурах, что обеспечивает улучшение контраста при проведении рентгеновской микротомографии при низких (отрицательных) температурах льда/гидрата.

Подходящими рентгеноконтрастными агентами являются водорастворимые соединения, содержащие элементы с большим атомным номером, например, соли тяжелых металлов (Pb, Ba, Sr, Ra и т.д.). В качестве соли тяжелого металла выбирают растворимую соль в соответствии с таблицей растворимости неорганических веществ в воде. Такими солями могут быть: $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, BaCl_2 и др.

В примере реализации изобретения для улучшения рентгеновского контраста льда/газогидрата в поровом пространстве породы использовался замороженный 1% раствор $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ в качестве источника ионов свинца для диффузии по твердой фазе льда/газогидрата при отрицательных температурах.

Насыщения льда солью металлов ведет, например, к понижению температуры фазового перехода лед-вода, что в свою очередь может приводить к таянию образца при температурах ниже 0°C (фазового перехода лед-вода для дистиллированной воды при нормальном давлении). С другой стороны, при понижении температуры скорость диффузии ионов в образец замедляется, что ведет к увеличению времени контакта для насыщения образца ионами. В общем случае температура при контакте образца с замороженным раствором должна быть меньше температуры фазового перехода лед-вода или газогидрат / вода в образце.

Образец неконсолидированной пористо-среды и приготовленный 1% раствор $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ замораживают при температуре -15°C - -20°C , после чего замороженный раствор и замороженный образец переносят в холодильную камеру с температурой около -7°C , где они выдерживаются до стабилизации температуры. После этого образец устанавливают на замороженный раствор, т.е. осуществляют их непосредственный контакт. Образец в контакте с замороженным раствором выдерживают при изотермических условиях (температура постоянная около -7°C) в течение 7 дней. За это время происходит диффузионное насыщение образца мерзлых пород ионами тяжелого металла. По окончании насыщения контакт образца с замороженным раствором зачищается и образец готов для сканирования на рентгеновском томографе при отрицательных температурах.

Проводят исследование образца с помощью низкотемпературной приставки (Cooling stage, <http://www.skyscan.be/products/stages.htm>) на рентгеновском микротомографе. Образец сканировался при температуре около -10°C чтобы избежать таяния льда.

Результатом сканирования является 3-х мерная цифровая модель ядра, анализ которой позволяет определить петрофизические

характеристики неконсолидированной горной породы , а так же распределения льда/газогидрата в поровом пространстве и т.д.

Формула изобретения

1. Способ исследования образцов неконсолидированных пористых сред, в соответствии с которым образец предварительно замораживают, замороженный образец в условиях отрицательной температуры приводят в контакт с замороженным раствором рентгеноконтрастного агента, по окончании насыщения образца проводят компьютерную рентгеновскую микротомографию образца при отрицательных температурах и путем анализа полученного компьютерного томографического изображения определяют пространственное распределение и концентрацию ледяных и/или газогидратных включений, открытой и закрытой пористости, распределение пор по размерам, удельную поверхность в образце.

2. Способ по п.1, в котором в качестве рентгеноконтрастного агента используют водорастворимое соединение, в состав которого входит химический элемент, обладающий высокой степенью ослабления рентгеновского излучения.

3. Способ по п.2, в котором в качестве химического элемента, обладающего высокой степенью ослабления рентгеновского излучения, используют элемент с большим атомным весом, а водорастворимое соединение представляет собой соль или оксид.

4. Способ по п.3, в котором в качестве элемента с большим атомным весом используют тяжелый металл из группы Pb, Ba, Sr, Ra и др.-

5. Способ по п.1, в котором контакт замороженного образца неконсолидированных пористых сред с замороженным раствором рентгеноконтрастного агента осуществляют при температуре ниже плавления льда/гидрата в поровом пространстве образца.

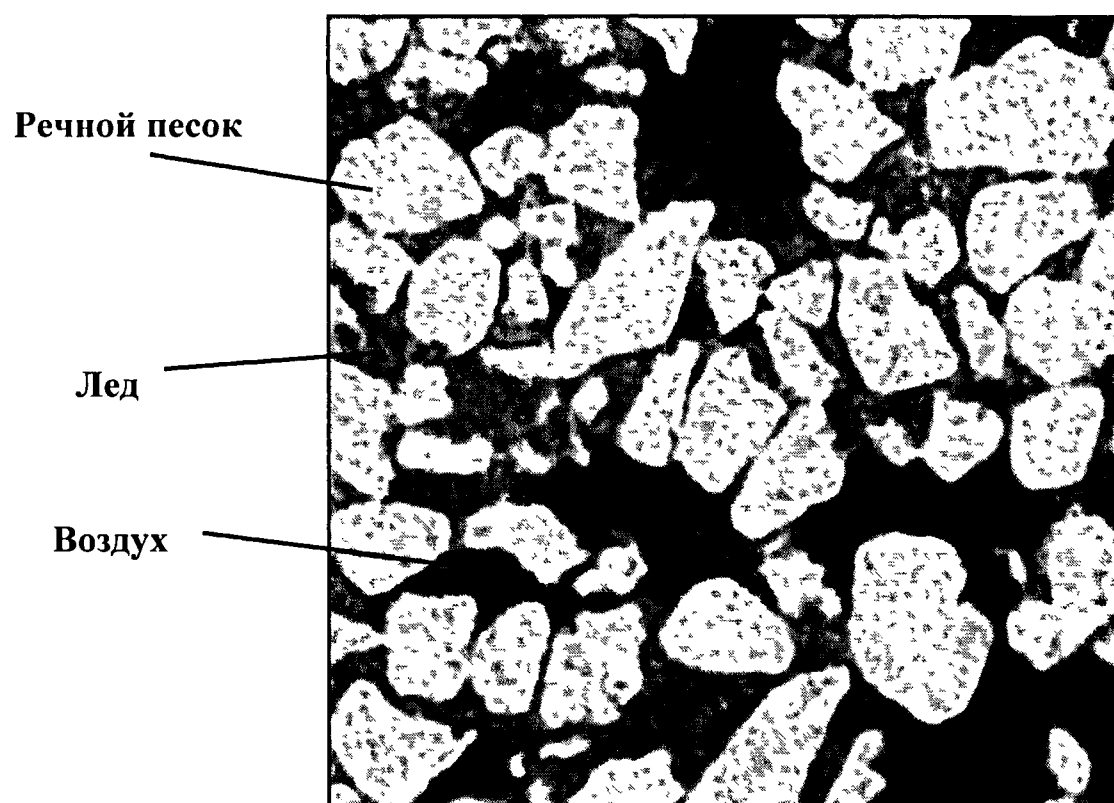
6. Способ по п.5, в котором контакт замороженного образца неконсолидированных пористых сред с замороженным раствором рентгеноконтрастного агента осуществляют при температуре от -7°C до -10°C .

7. Способ по п.1, в котором образец неконсолидированных пористых сред в замороженном состоянии, и замороженный раствор рентгеноконтрастного агента предварительно выдерживают при температуре ниже плавления льда/гидрата в поровом пространстве образца до стабилизации температуры.

8. Способ по п.7, в котором образец неконсолидированных пористых сред в замороженном состоянии, и замороженный раствор рентгеноконтрастного агента предварительно выдерживают при температуре от -7°C до -10°C .

9. Способ по п.1, в соответствии с которым компьютерную рентгеновскую микротомографию образца проводят при температуре ниже плавления льда/гидрата в поровом пространстве образца.

10. Способ по п.9, в соответствии с которым компьютерную рентгеновскую микротомографию образца проводят при температуре от -7°C до -10°C .



Фиг.1