



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105628811 A

(43) 申请公布日 2016. 06. 01

(21) 申请号 201510999637. 0

G01N 15/08(2006. 01)

(22) 申请日 2015. 12. 27

(71) 申请人 西南石油大学

地址 610500 四川省成都市新都区新都大道
8号

(72) 发明人 潘毅 高玉琼 孙雷 纪明强
罗军 董晓琪 王琼

(74) 专利代理机构 成都市辅君专利代理有限公
司 51120

代理人 杨海燕

(51) Int. Cl.

G01N 30/02(2006. 01)

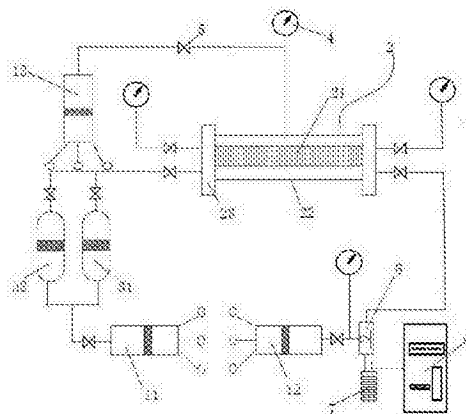
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置及其测试方法

(57) 摘要

本发明提供了一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置及其测试方法。装置包括注入泵系统、长岩心夹持器、回压阀、压差表、控温系统、液体馏分收集器、气量计和气相色谱仪；测试方法包括页岩岩心中CH₄单组分气体评价方法和页岩岩心中超临界CO₂置换CH₄气体评价方法。本发明通过多功能长岩心驱替方法满足地层高温高压条件下超临界CO₂驱替页岩中吸附CH₄室内试验检测条件，达到评价超临界CO₂置换吸附CH₄效率的目的；本发明通过使用组合长岩心，使得注气体积量大，误差减小，真实还原地层条件；裂缝长岩心可模拟真实页岩储层条件下超临界CO₂压裂后与CH₄竞争吸附过程；注入CO₂为超临界态，且实验采取逐级降压方式进行，能够真实模拟地层衰竭开采过程。



1. 一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置,其特征在於:包括注入泵系统、长岩心夹持器、回压阀、压差表、控温系统、液体馏分收集器、气量计和气相色谱仪;其中:

长岩心夹持器由长岩心外筒、胶皮套和两端的轴向连接器组成;长岩心外筒设置于胶皮套内、两端与轴向连接器连接,胶皮套与轴向连接器构成密闭的反应系统;

注入泵系统包括入口驱替泵、回压调节泵和围压控制泵;

所述入口驱替泵通过并联的中间容器、阀门与入口端轴向连接器联通,所述回压调节泵通过回压阀与出口端轴向连接器联通,所述围压控制泵通过阀门与胶皮套联通;回压阀一支路还通过气量计与气相色谱仪联通。

2. 根据权利要求1所述的超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置,其特征在於:所述装置各联通管路中均设置有压差表。

3. 根据权利要求1所述的超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置,其特征在於:所述长岩心夹持器入口端和出口端均设置有压差表。

4. 一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试方法,其特征在於:

所述测试采用权利要求1至3任一项所述的测试装置;

所述测试方法包括页岩岩心中CH₄单组分气体评价方法和页岩岩心中超临界CO₂置换CH₄气体评价方法:

CH₄单组分气体评价方法包括:

(1)选取长度4~6cm,直径2.5cm页岩小岩柱,进行基础物性测定,将所选择的压好裂缝的页岩短岩心按顺序排列组合成长岩心,装入岩心夹持器并抽真空;

(2)将抽真空后长岩心夹持器放入烘箱,设定烘箱温度为页岩所属地层温度,设定夹持器围压为页岩所属地层的上覆地层压力值,并向密闭的夹持器系统通入甲烷气体,使甲烷气体在页岩中充分吸附饱和,饱和时间为72小时,甲烷饱和压力为页岩所属地层的孔隙压力值;

(3)关闭夹持器系统入口端,打开出口端,对系统中甲烷气体逐级降压,并记录降压时间、出口端产出气量,且降压后出口端关闭12小时,使页岩中的吸附甲烷气体充分解吸,然后再打开出口端,重复前面降压、时间与产出气量记录、关闭/打开出口端步骤,直至系统中甲烷气体压力降低至页岩所属气藏的开发废弃压力为止,计算累计产出气量;

所述超临界CO₂置换CH₄气体评价方法包括:

(4)沿用CH₄单组分气体评价方法实验岩样,对系统抽真空,并重复上述实验操作;

(5)打开夹持器入口端与出口端阀门,以35MPa的注入压力向长岩心注入超临界CO₂,并对该过程出口端气体进行色谱分析;

(6)当出口端检测出的气体全部为二氧化碳含量时,关闭夹持器系统入口端与出口端阀门72小时,使CO₂充分吸附,并置换吸附态CH₄气体;

(7)关闭夹持器系统入口端,打开出口端,使系统中混合气体降压2MPa,记录降压时间,并通过色谱分析记录产出甲烷气量;降压后出口端关闭12小时,使页岩中的CO₂充分吸附置换CH₄气体,然后再打开出口端,重复上述降压、时间与产出气量记录、关闭/打开出口端步骤,直至系统中气体压力降低至页岩所属气藏的开发废弃压力为止,计算累计产出甲烷气量;

(8)对比两组实验同一压降点的甲烷产气量,评价超临界CO₂竞争吸附页岩中CH₄效果。

一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置及其测试方法

技术领域

[0001] 本发明属于模拟检测实验技术领域,尤其涉及在高温高压下,超临界二氧化碳对页岩中吸附甲烷气的解吸置换作用的模拟及检测技术,用于指导页岩气合理高效开采技术的提高。

背景技术

[0002] 世界页岩气资源量巨大,随北美页岩气勘探开发技术的突破与产量快速增长,页岩气已被认为是极具开采价值的非常规天然气。了解页岩气藏开发特征和开发方式,考虑如何实现提高页岩气采收率十分重要。在页岩气藏中,一般认为天然气的赋存形式有三种,吸附气、游离气与溶解气。据一些学者统计,吸附气含量占据20%~85%,加强吸附气的开采对页岩气增产尤为重要。

[0003] 根据CO₂驱替煤层中CH₄的成功经验,CO₂能够成功驱替煤层中CH₄主要得益于CO₂的吸附能力大于CH₄,部分学者对页岩吸附CO₂、CH₄的特性开展了初步工作,结果均表明页岩对CO₂的吸附能力显著强于CH₄。但目前国内外对CO₂驱替页岩中吸附CH₄的室内试验评价还非常少,已开展的实验大多不能满足地层高温高压等条件,特别是还不能更完整、全面地模拟页岩实际状态,从而无法还原实际生产情况,更好地指导页岩气合理高效开采,提高效率。

发明内容

[0004] 本发明目的在于提供一种适用于实际生产条件的室内试验检测装置及其研究方法。本发明通过超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附实验评价CO₂对页岩中吸附气的置换效果。实验在多功能长岩心驱替装置中完成,该装置原理可靠,结构合理。

[0005] 本发明通过以下技术方案实现的:

[0006] 本发明实现公开了一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试装置,包括:注入泵系统、长岩心夹持器、回压阀、压差表、控温系统、液体馏分收集器、气量计和气相色谱仪;其中:

[0007] 长岩心夹持器由长岩心外筒、胶皮套和两端的轴向连接器组成;长岩心外筒设置于胶皮套内、两端与轴向连接器连接,胶皮套与轴向连接器构成密闭的反应系统;

[0008] 注入泵系统包括入口驱替泵、回压调节泵和围压控制泵;

[0009] 所述入口驱替泵通过并联的中间容器、阀门与入口端轴向连接器联通,所述回压调节泵通过回压阀与出口端轴向连接器联通,所述围压控制泵通过阀门与胶皮套联通;回压阀一支路还通过气量计与气相色谱仪联通。

[0010] 所述装置各联通管路中均设置有压差表。

[0011] 所述长岩心夹持器入口端和出口端均设置有压差表。

[0012] 本发明还提供了一种超临界CO₂与页岩中CH₄竞争吸附测试方法,

[0013] 测试方法采用上述公开的测试装置;

[0014] 测试方法包括页岩岩心中CH₄单组分气体评价方法和页岩岩心中超临界CO₂置换

CH₄气体评价方法：

[0015] CH₄单组分气体评价方法包括：

[0016] (1)选取长度4~6cm,直径2.5cm页岩小岩柱,进行基础物性测定,将所选择的压好裂缝的页岩短岩心按顺序排列组合成长岩心,装入岩心夹持器并抽真空；

[0017] (2)将抽真空后长岩心夹持器放入烘箱,设定烘箱温度为页岩所属地层温度,设定夹持器围压为页岩所属地层的上覆地层压力值,并向密闭的夹持器系统通入甲烷气体,使甲烷气体在页岩中充分吸附饱和,饱和时间为72小时,甲烷饱和压力为页岩所属地层的孔隙压力值；

[0018] (3)关闭夹持器系统入口端,打开出口端,对系统中甲烷气体逐级降压,并记录降压时间、出口端产出气量,且降压后出口端关闭12小时,使页岩中的吸附甲烷气体充分解吸,然后再打开出口端,重复前面降压、时间与产出气量记录、关闭/打开出口端步骤,直至系统中甲烷气体压力降低至页岩所属气藏的开发废弃压力为止,计算累计产出气量；

[0019] 所述超临界CO₂置换CH₄气体评价方法包括：

[0020] (4)沿用CH₄单组分气体评价方法实验岩样,对系统抽真空,并重复上述实验操作；

[0021] (5)打开夹持器入口端与出口端阀门,以35MPa的注入压力向长岩心注入超临界CO₂,并对该过程出口端气体进行色谱分析；

[0022] (6)当出口端检测出的气体全部为二氧化碳含量时,关闭夹持器系统入口端与出口端阀门72小时,使CO₂充分吸附,并置换吸附态CH₄气体；

[0023] (7)关闭夹持器系统入口端,打开出口端,使系统中混合气体降压2MPa,记录降压时间,并通过色谱分析记录产出CH₄气量；降压后出口端关闭12小时,使页岩中的CO₂充分吸附置换CH₄气体,然后再打开出口端,重复上述降压、时间与产出气量记录、关闭/打开出口端步骤,直至系统中气体压力降低至页岩所属气藏的开发废弃压力为止,计算累计产出甲烷气量；

[0024] (8)对比两组实验同一压降点的甲烷产气量,评价超临界CO₂竞争吸附页岩中CH₄效果。

[0025] 本发明测试装置中约1米长的三轴长岩心夹持器是长岩心驱替装置中的关键部分,主要由长岩心外筒、胶皮套和轴向连接器组成。该套装置中,岩心中的凝析气衰竭速度由出口端压降速度控制,出口端压降速度由回压阀的压降速度控制。

[0026] 本阀门测试方法由两组实验对比完成。

[0027] 将短岩心按一定顺序排列组合成长岩心,装入岩心夹持器,洗净吹干抽真空,再饱和CH₄至地层条件,并在该压力下稳定72小时进行两组实验。第一组实验从地层条件开始衰竭,每一级衰竭压力稳定12小时充分解吸,每次衰竭结束记录相应实验数据；对比实验主要考虑CO₂对CH₄的竞争吸附作用,首先通过快速驱替,将基质中的CH₄驱替干净,之后在与第一组同样的实验条件下,测定产出气的组分含量,并与第一组相应试验点进行实验效果对比分析。

[0028] 本发明与现有方法相比具有如下有益效果：

[0029] 1)经调研发现目前没有模拟真实页岩储层压裂条件下,模拟开发过程中超临界CO₂与CH₄竞争吸附实验测试研究；

[0030] 2)通过使用组合长岩心,使得注气体积量大,误差减小,真实还原地层条件；

[0031] 3)裂缝长岩心可模拟真实页岩储层条件下超临界CO₂压裂后与CH₄竞争吸附过程；
[0032] 4)注入CO₂为超临界态，且实验采取逐级降压方式进行，能够真实模拟地层衰竭开采过程。

附图说明

[0033] 图1是本发明装置连接结构示意图。

[0034] 图中，11是入口驱替泵，12是回压调节泵，13是围压控制泵，2长岩心夹持器，21是长岩心外筒，22是胶皮套，23是轴向连接器，31是中间容器1，32是中间容器2，4是压差表，5是阀门，6是回压阀，7是气量计，8是气相色谱仪。

具体实施方式

[0035] 下面通过实施例对本发明进行具体的描述，实施例只用于对本发明进行进一步的说明，不能理解为对本发明保护范围的限制，本领域的技术人员根据本发明的内容作出的一些非本质的改进和调整也属于本发明保护的范围。

[0036] 结合图1。

[0037] 测试装置

[0038] 如图1所示，本发明装置包括注入泵系统、长岩心夹持器2、回压阀6、压差表4、控温系统、液体馏分收集器、气量计7和气相色谱仪8；控温系统和液体馏分收集器在图中没有表示出；其中：

[0039] 长岩心夹持器2由长岩心外筒21、胶皮套22和两端的轴向连接器23组成；长岩心外筒21设置于胶皮套22内、两端与轴向连接器23连接，胶皮套22与轴向连接器23构成密闭的反应系统；

[0040] 注入泵系统包括入口驱替泵11、回压调节泵12和围压控制泵13；

[0041] 入口驱替泵11通过并联的中间容器31、32、阀门5与入口端轴向连接器23联通，回压调节泵12通过回压阀6与出口端轴向连接器23联通，围压控制泵13通过阀门5与胶皮套22联通；回压阀6一支路还通过气量计7与气相色谱仪8联通。

[0042] 本发明装置在各联通管路中均设置有压差表4；在长岩心夹持器2入口端和出口端均设置有压差表4。

[0043] 测试实验

[0044] 本实验将分为两组进行，通过对比分析该评价方法的可行性。

[0045] 第一组：页岩岩心中CH₄单组分气体的产出过程评价

[0046] ①选取长度4~6cm、直径2.5cm的页岩柱状样品，利用巴西劈裂法对所选岩样进行人工造缝，并测试造缝后岩样孔隙度、渗透率参数；

[0047] ②依据造缝后岩样渗透率、长度参数，求取所有岩心柱的调和平均渗透率，并选取与调和平均渗透率最为接近的岩心柱，将其记录为1号岩心柱；

[0048] ③参照步骤②中方法，由剩余岩心柱求出新的调和平均渗透率，并将所有剩余岩心柱依次编号；

[0049] ④将步骤②、③中岩心按编号依次串联装入热塑管，并热塑包裹封装岩心柱，从而拼接形成长岩心实验样品，将其装入长岩心夹持器2系统，并确保系统气闭性，然后对其抽

真空24小时；

[0050] ⑤将抽真空后长岩心夹持器2放入烘箱,设定烘箱温度为80℃,设定长岩心夹持器2围压为60MPa,并向密闭的长岩心夹持器2系统通入中间容器31甲烷气体,使甲烷气体在页岩中充分吸附饱和,饱和时间为72小时,甲烷饱和压力为35MPa;

[0051] ⑥关闭长岩心夹持器2系统入口端阀门5,打开出口端阀门5,使系统中甲烷气体降压2MPa,并记录降压时间、出口端产出气量,且降压后出口端关闭12小时,使页岩中的吸附甲烷气体充分解吸,然后再打开出口端阀门5,重复前面降压、时间与产出气量记录、关闭/打开出口端步骤,直至系统中甲烷气体压力降低至页岩所属气藏的开发废弃压力为止,计算累计产出气量;

[0052] 第二组:页岩岩心中存在超临界CO₂置换作用时CH₄气体的产出过程评价

[0053] ①沿用第一组实验岩样与实验装置,对系统抽真空,并重复第一组步骤⑤的实验操作;

[0054] ②打开长岩心夹持器2系统入口端与出口端阀门5,以35MPa的注入压力向长岩心注入超临界CO₂,因裂缝渗透率远大于基质渗透率,可认为快速驱替过程中驱出的甲烷的贡献量都来自于裂缝,该过程需对出口端气体进行色谱分析;

[0055] ③当出口端气色谱检测出的气体全部为二氧化碳含量时认为裂缝中的甲烷全部被驱替出来,该过程结束,关闭夹持器系统入口端与出口端阀门72小时,使CO₂充分吸附,并置换吸附态CH₄气体;

[0056] ④关闭夹持器系统入口端阀门5,打开出口端阀门5,使系统中混合气体降压2MPa,记录降压时间,并通过气相色谱仪8记录产出甲烷气量,且降压后出口端关闭12小时,使页岩中的CO₂充分吸附置换CH₄气体,然后再打开出口端阀门5,重复上述降压、时间与产出气量记录、关闭/打开出口端步骤,直至系统中气体压力降低至页岩所属气藏的开发废弃压力为止,计算累计产出甲烷气量;

[0057] ⑤对比两组实验同一压降点的甲烷产气量,评价超临界CO₂竞争吸附页岩中CH₄效果。

