



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107402169 B

(45)授权公告日 2019.09.06

(21)申请号 201710631907.1

G01N 15/08(2006.01)

(22)申请日 2017.07.28

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

CN 106501151 A,2017.03.15,

申请公布号 CN 107402169 A

CN 106644875 A,2017.05.10,

(43)申请公布日 2017.11.28

杨柳 等.页岩储层压裂液渗吸-离子扩散及其影响因素.《中国海上油气》.2016,第28卷(第4期),

(73)专利权人 中国科学院力学研究所

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

邓少贵 等.裂缝-孔隙双孔介质的双侧向测井解释方法初探.《测井技术》.2010,第34卷(第6期),

(72)发明人 杨柳 张旭辉 鲁晓兵 葛洪魁 江昀

L. Yang et al..The effect of microstructure and rock mineralogy on water imbibition characteristics in tight reservoirs.《Journal of Natural Gas Science and Engineering》.2016,第34卷

(74)专利代理机构 北京和信华成知识产权代理事务所(普通合伙) 11390

代理人 胡剑辉

审查员 李明净

(51)Int.Cl.

G01N 13/00(2006.01)

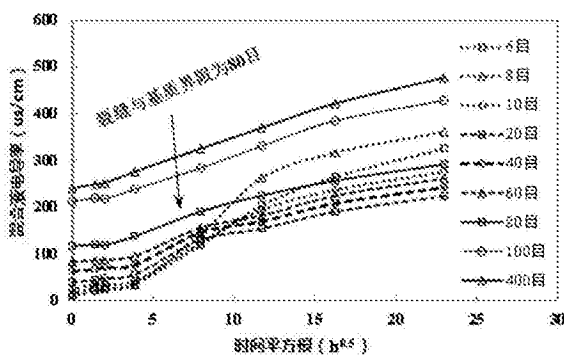
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

## (54)发明名称

一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置及其方法

## (57)摘要

本发明公开了一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置,包括分析控制单元,温度控制单元,离子测量单元,液面控制单元;本发明还公开了一种利用所述装置区分基质孔隙与微裂缝特征的方法,本发明的装置采用液面控制单元和温度控制单元可有效地控制密闭容器内液体的蒸发量和温度对离子扩散的影响,并且通过离子测量单元实时测量不同粒径的页岩颗粒在混合液中的电导率变化;本发明根据测得的电导率随时间的变化可以有效地评价页岩基质孔隙与微裂缝的特征。本发明为页岩储层孔隙结构分析提供了新的实验测试技术和方法,在页岩储层评价、产能预测和压后评估等领域具有潜在的应用价值。



1. 一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的方法,其特征在于,采用一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置,所述装置包括:

温度控制单元,用于控制实验过程温度的恒定;包括恒温室,以及设置在所述恒温室内的恒温槽和温度传感器,所述恒温室的温度为 $0^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ ,且所述恒温槽与所述恒温室温度相同;

离子测量单元,包括位于所述恒温槽内且盛有样品混合液的密闭容器,以及测量所述样品混合液电导率的电导仪;所述温度传感器位于所述密闭容器内,所述密闭容器中设置有用于搅拌样品混合液的磁力搅拌器,所述密闭容器的体积为 $200\sim 300\text{mL}$ ;

液面控制单元,设置在所述恒温槽内,用于调节所述密闭容器中样品混合液的体积,包括连接至所述密闭容器下端的刻度管,以及设置在所述刻度管和所述密闭容器连接处的滤网;

分析控制单元,设置在所述恒温室外,用于处理所述电导仪和所述温度传感器的数据,以使用户获取实验结果;

所述电导仪和所述温度传感器的下端分别穿过所述密闭容器的顶部且伸入所述样品混合液内,上端分别延伸至密闭容器外且通过导线连接所述分析控制单元;

所述方法包括如下步骤:

1) 将页岩样品粉碎成颗粒,然后将所述颗粒用不同的筛子进行筛分,得不同粒径的样品颗粒;

2) 将所述不同粒径的样品颗粒分别烘干,使其质量不再发生变化;

3) 将烘干后的某一粒径样品颗粒和水分别加入所述区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的实验装置的密闭容器中,得样品混合液;将电导率下端伸入所述样品混合液中,且与密闭容器的底部保持 $4\sim 10\text{cm}$ 的距离;

4) 开启磁力搅拌器进行搅拌,然后测定样品混合液的初始电导率;

5) 关闭磁力搅拌器,待样品混合液静止后记录样品混合液电导率随时间的变化,并且绘制样品混合液电导率随时间平方根的变化曲线;

6) 重复步骤3)、4)和5),直至完成所有不同粒径样品颗粒的测量;

其中,根据所述变化曲线能够得到:随着筛子目数的增加或者页岩颗粒粒径的减少,样品混合液的电导率曲线呈现直线特征时,说明页岩颗粒中的微裂缝消失,开始呈现出基质孔隙的特征。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤1)中,所述筛子为 $6\sim 400$ 目的筛子。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤3)中,所述样品颗粒的质量为 $5\sim 15\text{g}$ ,所述水和样品颗粒的质量比为 $1:10\sim 50$ 。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤4)中,所述搅拌时间为 $2\sim 10\text{min}$ 。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤2)中,所述烘干的温度为 $100\sim 120^{\circ}\text{C}$ 。

## 一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置及其方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于岩石物理技术领域,具体涉及一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置及其方法。

### 背景技术

[0002] 页岩气是一种储量巨大、清洁的非常规油气资源,已经成为我国重要战略能源之一。页岩储层具有双孔双介质特点,同时发育基质孔隙和微裂缝,孔隙结构较为复杂,为页岩储层评价工作带来了困难。同时,基质孔隙和微裂缝对页岩气的赋存和渗流影响存在明显不同,有必要分别进行研究。然而,尚没有方法能够准确区分基质孔隙和微裂缝的特征。页岩气井压裂后返出液的盐度较高,这与页岩储层盐离子向压裂液中的自发扩散有关。研究发现盐离子的扩散过程能够很好的反映页岩内部的微观孔隙结构信息。因此,本发明基于页岩层盐离子扩散实验建立一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝特征的实验装置及其方法。

### 发明内容

[0003] 本发明的第一个目的在于提供一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置,所述装置可有效地控制密闭容器内液体的蒸发量和温度对离子扩散的影响,实时测量页岩颗粒在混合液中的电导率变化,根据不同粒径的页岩颗粒电导率的曲线形态,评价页岩基质孔隙与微裂缝的特征。

[0004] 本发明的第二个目的在于提供一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的方法,所述方法具有操作简单、快速且准确的特点。

[0005] 为达到上述目的,本发明采用以下技术方案:

[0006] 一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的装置,包括

[0007] 温度控制单元,用于控制实验过程温度的恒定;包括恒温室,以及设置在所述恒温室内的恒温槽和温度传感器;

[0008] 离子测量单元,包括位于所述恒温槽内且盛有样品混合液的密闭容器,以及测量所述样品混合液电导率的电导仪;所述温度传感器位于所述密闭容器内;

[0009] 液面控制单元,设置在所述恒温槽内,用于调节所述密闭容器中样品混合液的体积,包括连接至所述密闭容器下端的刻度管,以及设置在所述刻度管和所述密闭容器连接处的滤网;

[0010] 分析控制单元,设置在所述恒温室外,用于处理所述电导仪和所述温度传感器的数据,以使用户获取实验结果。

[0011] 优选地,所述电导仪和所述温度传感器的下端分别穿过所述密闭容器的顶部且伸入所述样品混合液内,上端分别延伸至密闭容器外且通过导线连接所述分析控制单元。

[0012] 优选地,为了加快页岩颗粒中盐离子的扩散,所述密闭容器中设置有用于搅拌样品混合液的磁力搅拌器。

[0013] 优选地,为了更好地模拟深度在2000-3000m以内的页岩地层与压裂液接触后的盐度变化,所述恒温室的温度为0℃~80℃,且所述恒温槽与所述恒温室温度相同。

[0014] 优选地,所述密闭容器的体积为250-350mL,。

[0015] 一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的方法,包括如下步骤:

[0016] 1) 将页岩样品粉碎成颗粒,然后将所述颗粒用不同的筛子进行筛分,得不同粒径的样品颗粒;

[0017] 2) 将所述不同粒径的样品颗粒分别烘干,使其质量不再发生变化;

[0018] 3) 将烘干后的某一粒径样品颗粒和水分别加入所述区分页岩储层基质孔隙与微裂缝装置的密闭容器中,得样品混合液;将电导率下端伸入所述样品混合液中,且与密闭容器的底部保持4-10cm的距离;

[0019] 4) 开启磁力搅拌器进行搅拌,然后测定样品混合液的初始电导率;

[0020] 5) 关闭磁力搅拌器,待样品混合液静止后记录样品混合液电导率随时间的变化,并且绘制样品混合液电导率随时间平方根的变化曲线;

[0021] 6) 重复步骤3)、4)和5),直至完成所有不同粒径样品颗粒的测量。

[0022] 优选地,步骤1)中,所述筛子为6-400目的筛子,例如筛子的筛网为6目、8目、10目、20目、40目、60目、80目、100目和400目等。

[0023] 优选地,步骤3)中,所述样品颗粒的质量为5-15g;样品颗粒的质量是经过多次实验获得,如果质量低于5g,则难以保证样品混合液电导率测试精度;如果质量高于15g,则大大提高页岩样品粉碎和筛分的工作量;所述水和样品颗粒的质量比为:1:10-50。

[0024] 优选地,步骤4)中,所述搅拌是为了让样品颗粒表面的盐离子迅速溶解到溶液中,如果搅拌时间过短,则盐离子不能充分地溶解;如果搅拌时间过长,则样品颗粒内部的盐离子会扩散进入溶液中,进而影响混合液初始电导率的测试精度;优选地,经过多次实验,所述搅拌时间为2-5min;更优选地,所述搅拌时间为2min。

[0025] 优选地,步骤2)中,为了彻底烘干所述样品颗粒,使得样品颗粒的质量不再发生变化,所述烘干的温度为100-120℃。

[0026] 另外注意的是,如果没有特别说明,本发明所记载的任何范围包括端值以及端值之间的任何数值以及以端值或者端值之间的任意数值所构成的任意子范围。

[0027] 本发明区分页岩储层基质孔隙与微裂缝装置中的液面控制单元可有效地控制密闭容器内液体蒸发量对离子扩散的影响,结合温度控制单元可有效地控制温度对离子扩散的影响,最后通过离子测量单元实时测量不同粒径的页岩颗粒在混合液中的电导率变化。

[0028] 本发明的有益效果如下:

[0029] 1、本发明的装置采用液面控制单元和温度控制单元可有效地控制密闭容器内液体的蒸发量和温度对离子扩散的影响,并且通过离子测量单元实时测量不同粒径的页岩颗粒在混合液中的电导率变化;由于页岩储层盐离子向水中的自发扩散能够很好的反映页岩储层微观孔隙结构信息,因此本发明根据测得的电导率随时间的变化可以有效地评价页岩基质孔隙与微裂缝的特征;

[0030] 2、本发明为页岩储层孔隙结构分析提供了新的实验测试技术和方法,在非常规页岩储层评价、产能预测微纳米孔隙传质、压后评估返排液盐度分析等领域具有潜在的应用价值。

## 附图说明

[0031] 下面结合附图对本发明的具体实施方式作进一步详细的说明。

[0032] 图1示出了本发明区分页岩储层基质孔隙与微裂缝装置的结构示意图。

[0033] 图2示出了电导率随着时间平方根的变化曲线。

[0034] 其中,1、恒温室,2、刻度管,3、电导仪,4、滤网,5、恒温槽,6、磁力搅拌器,7、密封盖,8、玻璃容器,9、样品混合液,10、温度传感器,11、计算机。

## 具体实施方式

[0035] 为了更清楚地说明本发明,下面结合优选实施例和附图对本发明做进一步的说明。本领域技术人员应当理解,下面所具体描述的内容是说明性的而非限制性的,不应以此限制本发明的保护范围。

[0036] 下述实施例中所用页岩样品来自我国四川盆地海相页岩地层,所用的水均为蒸馏水。

[0037] 实施例1

[0038] 结合图1所示,在本发明的一个实施方式中,一种区分页岩储层基质孔隙与微裂缝装置,包括包括分析控制单元、温度控制单元、离子测量单元和液面控制单元。温度控制单元,用于控制实验过程温度的恒定,包括恒温室1,以及设置在恒温室1内的恒温槽5和温度传感器10。离子测量单元,包括位于恒温槽5内且盛有样品混合液的密闭容器,以及位于恒温室1内且测量样品混合液电导率的电导仪3;温度传感器10设置在所述密闭容器内。液面控制单元,设置在恒温槽5内,包括连接至密闭容器下端的刻度管2,以及设置在刻度管2和密闭容器连接处的滤网4;分析控制单元,设置在所述恒温室1外,用于处理所述电导仪3和所述温度传感器10的数据,以使用户获取实验结果。

[0039] 在实验过程中,恒温室1用于维持实验环境温度的恒定,恒温槽5用于保持密闭容器中温度的恒定,温度传感器10用于检测密闭容器中样品混合液的温度;本发明通过温度控制单元实现实验过程中样品混合液温度的恒定,进而减少由于外界温度变化对密闭容器中离子扩散速率产生的影响。通过与密闭容器连通的刻度管2观察密闭容器内混合液的体积变化;当观察到刻度管2内的液体下降时,为了维持密闭容器盐离子浓度的恒定,则向刻度管2内滴入水以保持密闭容器内样品混合液体积不变。同时利用设置在刻度管2和密闭容器之间的滤网4将页岩颗粒挡在密闭容器内,防止页岩颗粒进入刻度管2进而堵塞刻度管2。为了加快页岩颗粒中的盐离子扩散速率,在密闭容器中设置有用于搅拌样品混合液的磁力搅拌器6,搅拌结束后利用分析控制单元采集到电导仪3和温度传感器10的信号,以使用户获取实验结果,进而对数据进行处理和分析。

[0040] 在本发明的另一个实施方式中,电导仪3和温度传感器10的下端分别穿过密闭容器的顶部且伸入密闭容器内的样品混合液中,上端分别延伸至密闭容器外且连接分析控制单元。优选地,电导仪3和温度传感器10的上端通过导线连接至分析控制单元。

[0041] 在本发明的另一个实施方式中,为了更好地观察密闭容器内样品混合液的状态,优选地,密闭容器为玻璃材质的容器。

[0042] 在本发明的实施方式中,优选地,密闭容器为玻璃容器8和密封盖7组成。

[0043] 在本发明的实施方式中,为了更快速、更准确地评价页岩基质孔隙与微裂缝的特

征,优选地,本发明区分页岩储层基质孔隙与微裂缝装置采用小型装置,密闭容器的体积为250-350mL;更优选地,密闭容器的体积为250mL。

[0044] 在本发明的实施方式中,为了更好地模拟深度在2000-3000m的页岩地层与压裂液接触后的盐度变化,更好的反映实际工况。优选地,所述恒温室1和恒温槽5的温度为0℃~80℃。

[0045] 实施例2

[0046] 一种利用实施例1的装置区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的方法,包括如下步骤:

[0047] 1) 将页岩样品粉碎成颗粒,然后将所述颗粒用6目的筛子进行筛分,得粒径为3350 $\mu\text{m}$ 的样品颗粒;

[0048] 2) 将所述样品颗粒在105℃的条件下烘干,使其质量不再发生变化;

[0049] 3) 取10g烘干后的样品颗粒和200mL的蒸馏水分别加入250mL的玻璃容器中,样品颗粒中盐离子会分散到水中,得样品混合液;将电导仪的下端穿过密封盖伸入样品混合液中,且与玻璃容器的底部保持4-6cm的距离;

[0050] 4) 开启磁力搅拌器进行搅拌2min,然后测定样品混合液的初始电导率;搅拌完毕后,迅速测量初始电导率。

[0051] 5) 关闭磁力搅拌器,待样品混合液静止后记录样品混合液在0h、2h、4h、15h、60h、130h、260h和520h的电导率,并且绘制样品混合液电导率随时间平方根的变化曲线。结果如图2所示。

[0052] 实施例3

[0053] 区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的方法同实施例2,其他步骤不变,仅改变步骤1),如:

[0054] 1) 将页岩样品粉碎成颗粒,然后将所述颗粒用8目的筛子进行筛分,得粒径为2360 $\mu\text{m}$ 的样品颗粒;

[0055] 实施例4至实施例10

[0056] 区分页岩储层基质孔隙与微裂缝的方法同实施例2,其他步骤不变,仅改变步骤1)中筛子的目数,由于筛子的目数改变,因此得到的样品颗粒的粒径也不同。例如:筛子的目数分别为10目(1700 $\mu\text{m}$ )、20目(830 $\mu\text{m}$ )、40目(380 $\mu\text{m}$ )、60目(250 $\mu\text{m}$ )、80目(180 $\mu\text{m}$ )、100目(150 $\mu\text{m}$ )和400目(38 $\mu\text{m}$ )。

[0057] 图2为不同溶液的电导率随着时间平方根的变化曲线,在离子扩散过程中,混合液电导率都是从初始电导率开始随着时间增加而增加。曲线斜率反映了离子扩散速率,电导率曲线的斜率越高,离子扩散速率越大。对于6目的颗粒样品而言,初期离子扩散速率较高,随之慢慢降低为一个稳定值。这主要与页岩发育微裂缝有关,微裂缝能够大大提高页岩颗粒初期的离子扩散速率。随着筛子目数的增加或者页岩颗粒粒径的减少,样品混合液的电导率曲线逐渐呈现出直线特征,说明样品中微裂缝数量逐渐减少;当筛子目数超过80目时,电导率曲线变成直线,说明页岩颗粒中的微裂缝完全消失,开始呈现出基质孔隙的特征。因此,微裂缝主要存在于大于180 $\mu\text{m}$ (80目)的尺度上,即裂缝与基质的界限为80目。

[0058] 显然,本发明的上述实施例仅仅是为清楚地说明本发明所作的举例,而并非是对本发明的实施方式的限定,对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动,这里无法对所有的实施方式予以穷举,凡是属于本发

---

明的技术方案所引伸出的显而易见的变化或变动仍处于本发明的保护范围之列。

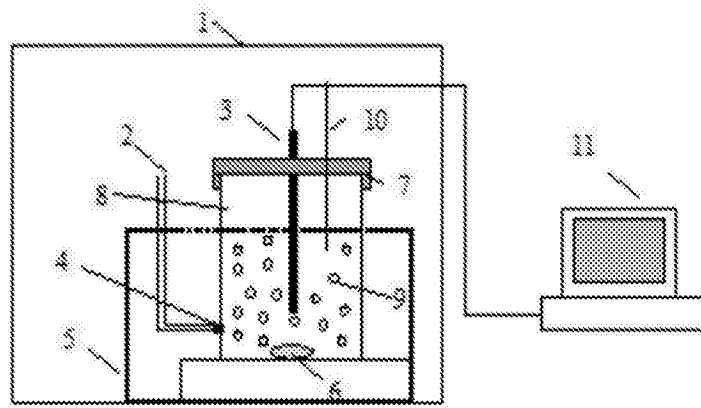


图1

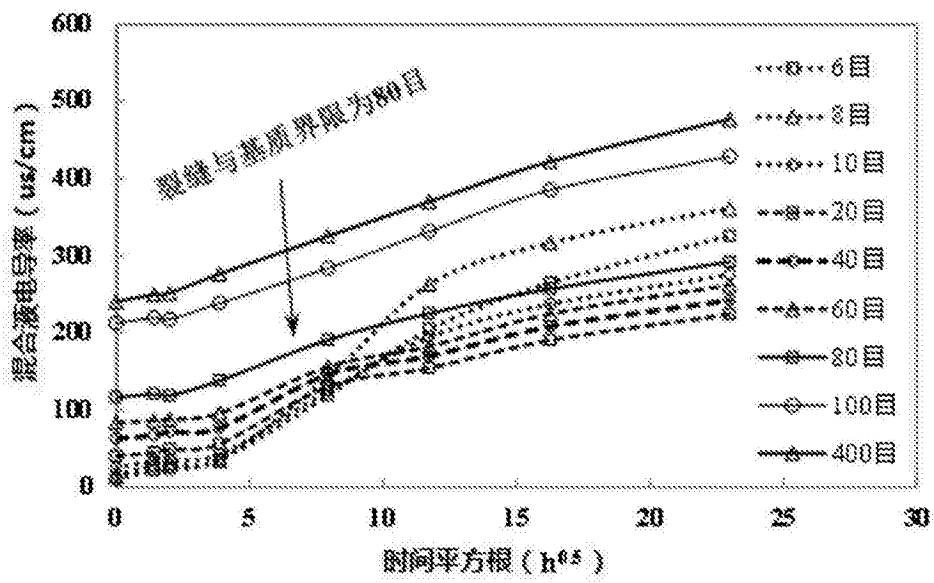


图2