



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109100385 A

(43)申请公布日 2018.12.28

(21)申请号 201810993124.2

(22)申请日 2018.08.29

(71)申请人 中国石油大学(北京)

地址 102249 北京市昌平区府学路18号

(72)发明人 张广清 陆志鹏

(74)专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司

11127

代理人 张丽丽 沈金辉

(51)Int.Cl.

G01N 24/08(2006.01)

G01N 23/2251(2018.01)

G01N 3/00(2006.01)

G01N 3/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

结合水相变引起岩石微观结构和力学性能变化的确定方法

(57)摘要

本发明提供了一种结合水相变引起岩石微观结构和力学性能变化的确定方法。该确定方法包括：去除岩石中的自由水；确定岩石中结合水的含量与分布，以及去除自由水的岩石的微观结构；在液氮中浸泡预定时间，得到处理后的岩石；确定处理后的岩石的微观结构，并与去除自由水的岩石的微观结构进行对比，得到结合水相变时岩石微观结构的变化。本发明还提供了一种结合水相变引起的岩石微观结构变化和力学性能变化的确定方法，其是通过确定处理后的岩石的力学性能，并与去除自由水的岩石的力学性能进行对比，得到结合水相变后岩石力学性能的变化。本发明的确定方法，能够准确确定结合水相变引起的岩石的微观结构变化和力学性能变化。

1. 一种结合水相变引起的岩石微观结构变化的确定方法,其特征在于,该确定方法包括以下步骤:

步骤一:去除岩石中的自由水;

步骤二:确定岩石中结合水的含量与分布,以及去除自由水的岩石的微观结构;

步骤三:在液氮中浸泡预定时间,得到处理后的岩石;

步骤四:确定所述处理后的岩石的微观结构,并与所述去除自由水的岩石的微观结构进行对比,得到结合水相变时岩石微观结构的变化。

2. 根据权利要求1所述的确定方法,其特征在于,在步骤一中,去除岩石中的自由水包括以下步骤:

根据岩石的热重曲线,将岩石加热至自由水失去的温度,去除自由水,只保留结合水。

3. 根据权利要求2所述的确定方法,其特征在于,在加热岩石时,将温度升高至低于自由水脱去温度区间的上限的 2°C - 3°C 。

4. 根据权利要求3所述的确定方法,其特征在于,加热岩石时,在加热温度下保持10h以上。

5. 根据权利要求1所述的确定方法,其特征在于,在所述步骤三中,所述预定时间为24h以上。

6. 根据权利要求1所述的确定方法,其特征在于,在所述步骤二中,确定岩石中结合水的含量与分布时,按照以下步骤进行:

在 25°C 、 ^1H 的共振频率为 22.907MHz 的条件下,采集去除自由水的岩石的核磁信号;

对采集的信号进行反演,获得核磁共振 T_2 弛豫谱;

通过所述 T_2 弛豫谱,得到岩石中结合水的含量与分布。

7. 根据权利要求1所述的确定方法,其特征在于,在该确定方法中,在进行步骤一前,进行确定岩石中的水分含量的步骤。

8. 一种结合水相变引起的岩石力学性能变化的确定方法,其特征在于,该确定方法包括以下步骤:

步骤一:去除岩石中的自由水;

步骤二:确定岩石中结合水的含量与分布,以及去除自由水的岩石的力学性能;

步骤三:在液氮中浸泡预定时间,得到处理后的岩石;

步骤四:确定所述处理后的岩石的力学性能,并与所述去除自由水的岩石的力学性能进行对比,得到结合水相变时岩石力学性能的变化。

9. 根据权利要求8所述的确定方法,其特征在于,在所述步骤二和步骤四中,所述的力学性能包括岩石的弹性模量、泊松比。

10. 根据权利要求8所述的确定方法,其特征在于,在该确定方法中,在进行步骤一前,进行确定岩石中的水分含量的步骤。

结合水相变引起岩石微观结构和力学性能变化的确定方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种结合水相变引起的岩石微观结构变化和力学性能变化的确定方法,属于石油开采技术领域。

背景技术

[0002] 作为大自然神奇的产物,岩石具有如下的特征:(1)存在晶内缺陷和不同类型晶粒间的微孔或微裂纹。(2)存在原生的与次生的层理、节理、微裂隙或大裂隙。而这些微裂纹与裂隙之间又常常被水所填充。这些水对岩石的结构以及力学性质有着显著的影响。

[0003] 人们做过大量的研究,但是由于岩石性质的复杂,研究的结果比较零散,使得对水如何影响岩石的力学性质缺乏系统的认识。因此,深入研究水对于岩石力学性质的影响,无论是在理论还是在工程实际上都有很重要的意义。

发明内容

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明的目的在于提供一种能够准确确定结合水相变引起的岩石的微观结构变化和力学性能变化的方法。

[0005] 为了实现上述技术目的,本发明提供了一种结合水相变引起的岩石微观结构变化的确定方法,该确定方法包括以下步骤:

[0006] 步骤一:去除岩石中的自由水;

[0007] 步骤二:确定岩石中结合水的含量与分布,以及去除自由水的岩石的微观结构;

[0008] 步骤三:在液氮中浸泡预定时间,得到处理后的岩石;

[0009] 步骤四:确定处理后的岩石的微观结构,并与去除自由水的岩石的微观结构进行对比,得到结合水相变时岩石微观结构的变化。

[0010] 为了实现上述技术目的,本发明又提供了一种结合水相变引起的岩石力学性能变化的确定方法,该确定方法包括以下步骤:

[0011] 步骤一:去除岩石中的自由水;

[0012] 步骤二:确定岩石中结合水的含量与分布,以及去除自由水的岩石的力学性能;

[0013] 步骤三:在液氮中浸泡预定时间,得到处理后的岩石;

[0014] 步骤四:确定处理后的岩石的力学性能,并与去除自由水的岩石的力学性能进行对比,得到结合水相变时岩石力学性能的变化。

[0015] 本发明的结合水相变引起的岩石微观结构变化和力学性能变化的确定方法,将岩石中的自由水与结合水区分开,并分离出自由水,只保留结合水,研究结合水相变对岩石微观结构及力学性能的影响,目的更明确,条理更清晰。更加深入地研究了水对岩石的影响,无论是在理论上还是在工程实践上都具有重要意义。

具体实施方式

[0016] 为了对本发明的技术特征、目的和有益效果有更加清楚的理解,现对本发明的技

术方案进行以下详细说明,但不能理解为对本发明的可实施范围的限定。

[0017] 自由水,是指在岩石内可以自由移动的、与岩石颗粒没有相互作用的水分,包含毛细水和重力水。

[0018] 结合水,又称为束缚水或固定水,是指存在于溶质或其他非水组分附近的、与溶质分子之间通过化学键结合的那一部分水,具有与同一体系中体相水显著不同的性质,如呈现低的流动性,在-40摄氏度不结冰,不能作为所加入溶质的溶剂,在氢核磁共振(HNMR)中使氢的谱线变宽。

[0019] 反演分析,根据岩土体在实际工程荷载作用下监测到的性状变化,采用数值分析方法对岩土体的力学特性和(或)初始应力条件进行分析的方法。

[0020] 借鉴工程中的定义,依据水分子岩石颗粒的远近及相互作用将水分为自由水和结合水。其中,结合水是岩石的微观结构及力学性质的主要影响因素之一。当结合水发生相变时,岩石的微观结构以及力学性质也可能发生一些变化。因此,通过分离出岩石中的自由水,只保留结合水,研究结合水的相变对于岩石微观结构及力学性能的影响。

[0021] 在发明的结合水相变引起的岩石微观结构变化和力学性能变化的确定方法中,采用的岩石样品可以为砂岩。

[0022] 在本发明的一具体实施方式中,提供了一种结合水相变引起的岩石微观结构变化的确定方法,该确定方法可以包括以下步骤:

[0023] 步骤一:去除岩石中的自由水;

[0024] 步骤二:确定岩石中结合水的含量与分布,以及去除自由水的岩石的微观结构;

[0025] 步骤三:在液氮中浸泡预定时间,得到处理后的岩石;

[0026] 步骤四:确定处理后的岩石的微观结构,并与去除自由水的岩石的微观结构进行对比,得到结合水相变时岩石微观结构的变化。

[0027] 具体地,在该确定方法中,在进行步骤一前,进行确定岩石中的水分含量的步骤。具体可以包括以下步骤:

[0028] 由于水分子中的氢原子可以产生核磁共振现象,因此可采用核磁共振仪观察岩石中水分的含量及分布。比如,可以选择型号为Bruker 400Mz的核磁共振仪。

[0029] 将磁体箱的温度设定为常温, ^1H 的共振频率为22.907MHz,将岩石样品放入核磁共振仪的磁体箱中;

[0030] 利用核磁共振成像分析仪软件中的脉冲序列对岩石样品进行信号采集;

[0031] 利用反演软件对采集的信号进行反演,以获得核磁共振 T_2 弛豫谱。由于 T_2 弛豫谱中各个峰对应的峰面积总和与样品中氢原子的数量成正比,因此, T_2 弛豫谱总幅值反映了样品中纯水含量,因此可以得到岩石样品中的水分含量。

[0032] 其中,反演软件可以是核磁共振成像分析仪自带的。

[0033] 具体地,在步骤一中,去除岩石中的自由水包括以下步骤:

[0034] 根据岩石的热重曲线,将岩石加热至自由水失去的温度,去除自由水,只保留结合水。

[0035] 更进一步地,在对岩石加热过程中对其质量进行不断的测量,获取岩石失去的重量G和对应的加热温度T的曲线,即TG曲线;在TG曲线中有三个明显的温度区间,分别对应自由水脱去温度区间、弱结合水脱去温度区间、强结合水脱去温度区间;将岩石加热至略低于

自由水脱去温度区间的上限,保持该温度10h以上,即可去除自由水,只保留结合水。

[0036] 具体地,在步骤二中,确定岩石中结合水的含量与分布,按照以下步骤进行:

[0037] 采用核磁共振仪观察岩石中结合水的含量及分布。比如,可以选择型号为Bruker400Mz的核磁共振仪。

[0038] 将磁体箱的温度设定为常温, ^1H 的共振频率为22.907MHz,将岩石样品放入核磁共振仪的磁体箱中;

[0039] 利用核磁共振成像分析仪软件中的脉冲序列对岩石样品进行信号采集;

[0040] 利用反演软件对采集的信号进行反演,以获得核磁共振 T_2 弛豫谱,进而得到岩石中结合水水分含量及分布。

[0041] 其中,反演软件可以是核磁共振成像分析仪自带的。

[0042] 具体地,在步骤二中,通过扫描电子显微镜确定去除自由水的岩石的微观结构,具体按照以下步骤进行:

[0043] 将岩石样品清洗干净,并在其表面喷镀一层导电金属;

[0044] 打开扫描电子显微镜,并用导电胶将岩石样品固定在载物台上,放好样品,抽真空,调整样品的距离、扫描的衬度和放大倍数,对岩石样品进行扫描并得到相应的图像。

[0045] 这里可以采用公开号为CN104465287A中国专利申请公开的扫描电子显微镜进行观察。

[0046] 具体地,在步骤三中,在液氮中浸泡24h以上,确保结合水充分发生相变。

[0047] 具体地,在步骤四中,确定处理后的岩石的微观结构时采用与步骤三相同的方法进行即可。

[0048] 本发明的另一具体实施方式中,提供了一种结合水相变引起的岩石力学性能变化的确定方法,该确定方法包括以下步骤:

[0049] 步骤一:去除岩石中的自由水;

[0050] 步骤二:确定岩石中结合水的含量与分布,以及去除自由水的岩石的力学性能;

[0051] 步骤三:在液氮中浸泡预定时间,得到处理后的岩石;

[0052] 步骤四:确定处理后的岩石的力学性能,并与去除自由水的岩石的力学性能进行对比,得到结合水相变时岩石力学性能的变化。

[0053] 具体地,在该确定方法中,在进行步骤一前,进行确定岩石中的水分含量的步骤。具体可以包括以下步骤:

[0054] 由于水分子中的氢原子可以产生核磁共振现象,因此可采用核磁共振仪观察岩石中水分的含量及分布。比如,可以选择型号为Bruker 400Mz的核磁共振仪。

[0055] 将磁体箱的温度设定为常温, ^1H 的共振频率为22.907MHz,将岩石样品放入核磁共振仪的磁体箱中;

[0056] 利用核磁共振成像分析仪软件中的脉冲序列对岩石样品进行信号采集;

[0057] 利用反演软件对采集的信号进行反演,以获得核磁共振 T_2 弛豫谱。由于 T_2 弛豫谱中各个峰对应的峰面积总和与样品中氢原子的数量成正比,因此, T_2 弛豫谱总幅值反映了样品中纯水含量,因此可以得到岩石样品中的水分含量。

[0058] 其中,反演软件可以是核磁共振成像分析仪自带的。

[0059] 具体地,在步骤一中,去除岩石中的自由水包括以下步骤:

[0060] 根据岩石的热重曲线,将岩石加热至自由水失去的温度,去除自由水,只保留结合水。

[0061] 更进一步地,在对岩石加热过程中对其质量进行不断的测量,获取岩石失去的重量G和对应的加热温度T的曲线,即TG曲线;在TG曲线中有三个明显的温度区间,分别对应自由水脱去温度区间、弱结合水脱去温度区间、强结合水脱去温度区间;将岩石加热至略低于自由水脱去温度区间的上限,保持该温度10h以上,即可去除自由水,只保留结合水。

[0062] 具体地,在步骤二中,确定岩石中结合水的含量与分布,按照以下步骤进行:

[0063] 采用核磁共振仪观察岩石中结合水的含量及分布。比如,可以选择型号为Bruker400Mz的核磁共振仪。

[0064] 将磁体箱的温度设定为常温, ^1H 的共振频率为22.907MHz,将岩石样品放入核磁共振仪的磁体箱中;

[0065] 利用核磁共振成像分析仪软件中的脉冲序列对岩石样品进行信号采集;

[0066] 利用反演软件对采集的信号进行反演,以获得核磁共振 T_2 弛豫谱,进而得到岩石中结合水水分含量及分布。

[0067] 其中,反演软件可以是核磁共振成像分析仪自带的。

[0068] 具体地,在步骤二和步骤四中,采用三轴实验仪确定岩石的力学性能,其中,需要确定的力学性能参数包括岩石的弹性模量、泊松比等力学性能参数。进行力学性能测试时,具体包括以下步骤:

[0069] 进行载荷与位移清零,并软件中输入样品参数;

[0070] 将岩石样品放入单轴拉压试验机工作区,并固定样品,设定加载速率为2mm/min,始压缩实验直至样品破坏;

[0071] 根据得到的应力-应变曲线,获得岩石的弹性模量及泊松比。

[0072] 这里可以采用公开号为CN204479411U中国专利申请公开的单轴拉压试验机对岩石试件进行力学性能的测试。

[0073] 具体地,在步骤三中,在液氮中浸泡24h以上,确保结合水充分发生相变。

[0074] 具体地,在步骤四中,确定处理后的岩石的力学性能,并与去除自由水的岩石的力学性能进行对比,对比扫描电子显微镜得到的微观结构图,进而得到压裂时岩石力学性能的变化。

[0075] 实施例1

[0076] 本实施例提供了一种结合水相变引起的岩石微观结构变化的确定方法,具体包括以下步骤:

[0077] 观察岩石体中水分的含量:采用Bruker 400Mz核磁共振仪观察岩石中水分子的含量及分布。将岩石样品放入核磁共振仪的磁体箱中,并将磁体箱温度设定为25℃, ^1H 的共振频率为22.907MHz。利用核磁共振成像分析仪软件中的脉冲序列对岩石样品进行信号采集。利用仪器自带的反演软件对采集的信号进行反演以获得核磁共振 T_2 弛豫谱,以确定岩石体中水分的含量。

[0078] 去除岩石中自由水:在对岩石加热过程中对其质量进行不断的测量,获取岩石失去的重量G和对应的加热温度T的关系分析曲线,即TG曲线。在TG曲线中有三个明显的温度区间,分别对应于自由水脱去温度区间、弱结合水脱去温度区间、强结合水脱去温度区间。

将岩石加热至略低于自由水脱去温度区间上限,比如岩石的加热温度可以低于自由水脱去温度区间上限的 2°C - 3°C ,保持该温度10小时以上,以去除自由水,保留结合水。

[0079] 观察岩石中结合水分布:采用Bruker 400Mz核磁共振仪观察岩石中结合水分的分布。将脱去自由水的岩石样品放入核磁共振仪的磁体箱中,并将磁体箱温度设定为 25°C , ^1H 的共振频率为22.907MHz。利用核磁共振成像分析仪软件中的脉冲序列对岩石样品进行信号采集。利用仪器自带的反演软件对采集的信号进行反演以获得核磁共振 T_2 弛豫谱。并通过 T_2 弛豫谱得到热处理后的岩石中结合水水分含量与分布。

[0080] 处理前观察:采用公开号为CN104465287A的扫描电子显微镜来观察岩石微观结构。将岩石样品清洗干净,并在其表面喷镀一层导电金属。打开扫描电子显微镜,并用导电胶将岩石样品固定在载物台上。放好样品后,抽真空,调整样品的距离、扫描的衬度和放大倍数。之后对岩石样品进行扫描并得到相应的图像。

[0081] 处理岩石:将失去自由水后的岩石在液氮浸泡24小时以上,使结合水充分发生相变。

[0082] 处理后观察:采用公开号为CN104465287A的扫描电子显微镜观察处理后岩石试件的微观结构。在脱去自由水的岩石样品表面喷镀一层导电金属。打开扫描电子显微镜,并用导电胶将岩石样品固定在载物台上。放好样品后,抽真空,调整样品的距离、扫描的衬度和放大倍数。对岩石样品进行扫描并得到相应的图像。与处理前得到的岩石微观结构相比较,得出结合水相变对岩石微观结构影响规律。

[0083] 本实施例还提供了一种压裂时岩石力学性能变化的确定方法,该确定方法包括以下步骤:

[0084] 具体步骤同上述的微观结构变化的步骤,区别在于,将确定微观结构的变化调整为确定力学性能的变化。具体可以为:采用中国公开号为CN204479411U的单轴拉压试验机对岩石试件进行力学性能测试,测试步骤包括:

[0085] 在实验前,首先进行载荷与位移清零,并在软件中输入样品参数;将岩石样品放入单轴拉压试验机工作区,并将样品固定;设定加载速率为 $2\text{mm}/\text{min}$,并开始压缩实验直至样品破坏;根据得到的应力-应变曲线算出处理后的岩石的弹性模量及泊松比,并与该种岩石典型的力学参数对比,得出结合水相变对岩石力学性质的影响规律。