

**Охрана окружающей среды и природопользование. Недра  
ПРАВИЛА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛЛЕКТОРСКИХ СВОЙСТВ  
ГОРНЫХ ПОРОД**

**Ахова навакольнага асяроддзя і прыродакарыстанне. Нетры  
ПРАВІЛЫ ВYZНАЧЭННЯ КАЛЕКТАРСКІХ УЛАСЦІВАСЦЕЙ  
ГОРНЫХ ПАРОД**

Издание официальное



**Минприроды**

**Минск**

**Ключевые слова:** керн, керн большого диаметра, коллекторские свойства, экстрагирование, проницаемость, фильтрационно-емкостные свойства, пористость, поровое пространство, раздельное вакуумирование, капиллярная пропитка, остаточная водонасыщенность, пластовая вода, минерализация, пикнометр, кажущаяся минералогическая плотность, объемная плотность, кавернозно-пористый образец, раздельная емкость каверн и пор, глинистость, карбонатность, нерастворимый остаток, коэффициент нефтевытеснения, универсальная лабораторная установка

### Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению техническим нормированием и стандартизацией в области охраны окружающей среды и природопользования установлены Законом Республики Беларусь «Об охране окружающей среды»

1 РАЗРАБОТАН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский научно-исследовательский геологоразведочный институт»

ВНЕСЕН Департаментом по геологии Министерства природных ресурсов и охраны окружающей среды Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Министерства природных ресурсов и охраны окружающей среды Республики Беларусь от 05 января 2012 г. № 2-Т

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий технический кодекс не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Министерства природных ресурсов и охраны окружающей среды Республики Беларусь

## Содержание

1	Область применения.....	1
2	Нормативные ссылки.....	1
3	Термины и определения.....	2
4	Общие положения.....	3
5	Основные устанавливаемые требования к правилам определения коллекторских свойств кернового материала.....	3
6	Экстрагирование горных пород.....	4
7	Определение коэффициента открытой пористости на кернах большого диаметра.....	9
8	Определение коэффициента вытеснения нефти водой на кернах большого диаметра.....	18
9	Определения остаточной водонасыщенности методом сушки.....	29
10	Определение раздельной емкости каверн и пор.....	35
11	Определение карбонатности породы.....	42
12	Определение гранулометрического состава и глинистости породы.....	47
Приложение А	(справочное) Применяемые растворители.....	62
Приложение Б	(обязательное) Результаты измерений по определению коэффициента нефтewытеснения .....	63
Библиография	.....	64

**ТЕХНИЧЕСКИЙ КОДЕКС УСТАНОВИВШЕЙСЯ ПРАКТИКИ****Охрана окружающей среды и природопользование. Недр  
ПРАВИЛА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛЛЕКТОРСКИХ СВОЙСТВ ГОРНЫХ ПОРОД****Ахова навакольнага асяроддзя і прыродакарыстанне. Нетры  
ПРАВІЛЫ ВЫЗНАЧЭННЯ КАЛЕКТАРСКІХ УЛАСЦІВАСЦЕЙ ГОРНЫХ ПАРОД**

Environmental protection and nature use. Subsoil  
Rules of the determination collectors characteristic of the mountain sorts

**Дата введения 2012-03-01****1 Область применения**

Настоящий технический кодекс установившейся практики (далее – ТКП) устанавливает требования к определению коллекторских свойств горных пород.

Основной целью лабораторного изучения образцов пород-коллекторов нефти и газа является получение информации об их емкостных, фильтрационных, капиллярно-поверхностных свойствах и литологической характеристике, необходимой для обоснования подсчета запасов углеводородов, составления проекта разработки, интерпретации материалов геофизических исследований буровых скважин, промысловых и региональных геологических исследований [1].

Требования настоящего ТКП обязательны для исполнения на территории Республики Беларусь [2].

Требования настоящего ТКП обязательны для применения геологическими организациями, осуществляющими определение коллекторских свойств горных пород на образцах с сохраненным при выбурировании диаметром керна.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем ТКП использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

ГОСТ 2.105-95 Единая система конструкторской документации. Общие требования к текстовым документам

ГОСТ 8.010-99 Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 8.298-78 Государственная система обеспечения единства измерений. Колориметры фотоэлектрические лабораторные. Методы и средства поверки

ГОСТ 12.2.091-2002 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 342-77 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 400-80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 949-73 Баллоны стальные малого и среднего объема для газов на  $p_p \leq 19,6$  МПа (200 кгс/см кв.). Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2405-88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напорометры, тягомеры и тягонапорометры. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия

## ТКП 17.04-42-2012

- ГОСТ 4161-77 Кальций хлористый 2-водный. Технические условия  
ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия  
ГОСТ 4460-77 Кальций хлористый б/в  
ГОСТ 4753- 68 Керосин осветительный  
ГОСТ 5180-84 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик  
ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия  
ГОСТ 5789-78 Реактивы. Тoluол. Технические условия  
ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия  
ГОСТ 6359-75 Барографы метеорологические anerоидные. Технические условия  
ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия  
ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия  
ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия  
ГОСТ 10028-81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия  
ГОСТ 10197-70 Стойки и штативы для измерительных головок. Технические условия  
ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия  
ГОСТ 12172-74 Клеи фенолополивинилацетальные. Технические условия  
ГОСТ 12536-79 Грунты. Методы лабораторного определения гранулометрического (зернового) и микроагрегатного состава  
ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия  
ГОСТ 18499-73 Керосин для технических целей  
ГОСТ 20288-74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия  
ГОСТ 20292-74 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия  
ГОСТ 20799-88 Масла индустриальные. Технические условия  
ГОСТ 22524-77 Пикнометры стеклянные. Технические условия  
ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования  
ГОСТ 24147-80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия  
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры  
ГОСТ 26450.0-85 Породы горные. Общие требования к отбору и подготовке проб для определения коллекторских свойств  
ГОСТ 26450.1-85 Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением  
ГОСТ 26450.2-85 Породы горные. Метод определения коэффициента абсолютной газопроницаемости при стационарной и нестационарной фильтрации.  
ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний  
ГОСТ 28985-91 Породы горные. Метод определения деформационных характеристик при одноосном сжатии.

Примечание – При пользовании настоящим техническим кодексом целесообразно проверить ТНПА по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим техническим кодексом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Термины и определения

В настоящем ТКП применяют термины и определения, установленные в [1] – [3].

## 4 Общие положения

**4.1** Настоящий ТКП разработан в целях установления требований к проведению исследований по определению коллекторских свойств горных пород.

**4.2** Настоящий ТКП предназначен для специалистов, занимающихся исследованием пород-коллекторов нефти и газа в лабораториях производственных геологических организаций, ведущих разведку на нефть и газ и содержат основные методические указания, разработанные с большей или меньшей детальностью в зависимости от сложности измерения и накопленного опыта [1].

**4.3** В связи с отсутствием в Республике Беларусь серийно выпускаемой аппаратуры для исследования пород-коллекторов, отвечающей современному уровню, в настоящем ТКП приведены требования, которым должна удовлетворять конструкция того или иного аппарата. В случае, если разработанная конструкция широко опробована, приводятся конструктивные схемы прибора или его отдельных узлов.

**4.4.** При использовании серийного оборудования лабораторные исследования проводят в соответствии с прилагаемыми к нему методикам.

## 5 Основные устанавливаемые требования к правилам определения коллекторских свойств керна материала

**5.1** Исследование коллекции образцов, характеризующей изучаемый объект, должно быть построено так, чтобы:

- основные данные, нужные для подсчета запасов, необходимо получать на достаточно большом количестве образцов; вовлечение в исследование дополнительного количества образцов не должно отражаться на статистиках основных свойств коллектора пористости, содержания остаточной водонасыщенности, проницаемости;

- были охарактеризованы все основные литологические разности;

- получила освещение изменчивость свойств коллектора по разрезу и площади;

- было возможно ввести поправки, учитывающие отклонения от закона Дарси, влияние пластовых условий и других факторов;

- были установлены связи между коллекторскими свойствами породы и ее литологическими признаками.

**5.2** Лабораторное изучение керна материала зависит от конкретной задачи исследований, состава и свойств пород-коллекторов и пластовых флюидов, состава и свойств бурового раствора, лабораторной базы и т.п.

**5.3** Лабораторное изучение керна материала с сохраненным при выбуривании диаметром и его фрагментов, включает следующие операции и виды исследований:

- экстрагирование;

- определение открытой пористости методом жидкостенасыщения с вычислением объемной и кажущейся минералогической плотности;

- газопроницаемости воздушно-сухого образца при разности давлений (абсолютная проницаемость);

- определение коэффициента вытеснения нефти водой;

- определение остаточной водонасыщенности косвенным методом (методом сушки или другим);

- определение раздельной емкости каверн и пор;

- определение карбонатности породы химическим способом или другим);

- определение глинистости породы.

**5.4** В настоящем ТКП представлены методики изучения керна материала с сохраненным при выбуривании диаметром и его фрагментов. Вывод расчетных формул в некоторых случаях опущен. По тексту даны ссылки на использованные нормативные документы и научно-техническую литературу. Там, где это необходимо, приведены оценки допустимых ошибок измерений.

## 6 Экстрагирование горных пород.

### 6.1 Оборудование, материалы, реактивы

**6.1.1** Аппарат для экстрагирования образцов керна большого диаметра показан на рисунке 6.1, состоит из:

- корпуса экстрактора 1 из нержавеющей стали, покрытого теплоизоляционным материалом 2 для стабильного терморежима и исключения потерь тепла;
- стакана 5 с сифоном 6, для обеспечения циклического слива конденсата;
- подставки 7, для равномерного всестороннего омывания керна 8 конденсатом;
- крючка 4 для подвешивания стакана;
- крышки экстрактора 3, с технологическими отверстиями для: холодильника 12, термометра 17 с диапазоном измерения от 0 °С до 350 °С (цена деления 1°С) с целью замера температуры в стакане аппарата и пипетки 18 для отбора пробы растворителя;
- холодильника 11 марки ХШ-1-200-19/26 ХС или ХСВО 10 ХС по ГОСТ 25336 с широким шлифом, который обеспечивает увеличение интенсивности охлаждения паров растворителя;
- фторопластового уплотнителя 10, обеспечивающего герметичность крышки и корпуса экстрактора шестью болтовыми соединениями;
- лепесткового конденсатора 9, показанного на рисунке 6.2, состоящего из основания конденсатора 1, охлаждающих сегментов 2 и направленных каплеуловителей 3, для наиболее полного сбора конденсата растворителя в стакан и ускорения процесса экстракции.

**6.1.1.2** Технические характеристики аппарата:

- объем корпуса – 6,0 л;
- объем стакана – 0,8 л;
- максимальная длина экстрагируемого керна – от 150 до 200 мм;
- максимальная температура – кипение растворителя.

**6.1.1.3** Допускается использовать другое оборудование, соответствующее указанному по техническим характеристикам.

**6.1.2** Колориметр фотоэлектрический концентрационный по ГОСТ 8.298 или спектрофотометр по ГОСТ 12997.

**6.1.3** Для нагрева аппаратов применяют электроплитки с регуляторами температуры и закрытыми плоскими нагревателями.

**6.1.4** Весы электронные 2 класса точности по ГОСТ 24104.

**6.1.5** Шкаф сушильный термостатируемый с рабочей температурой  $(105 \pm 2)$  °С.

**6.1.6** Эксикатор по ГОСТ 25336.

**6.1.7** В качестве растворителей применяют: бензол; толуол; хлороформ; ксилол; четыреххлористый углерод; спиртобензольную смесь – 1:2; смесь спирта с хлороформом, четыреххлористым углеродом и бензолом в соотношении 1:1: 1:4. Хлороформ более эффективен при экстракции песчаников, толуол – известняков, ксилол - низкопроницаемых пород. Толуол, ксилол удаляют асфальтены, битуминозные нефти, битумы, гудроны; бензол хорошо экстрагирует легкие нефти, масла; пропиленовый спирт – окисленные тяжелые углеводороды. Основные сведения о чистых растворителях приведены в Приложении А.

**6.1.8** Термометр по ГОСТ 28498.

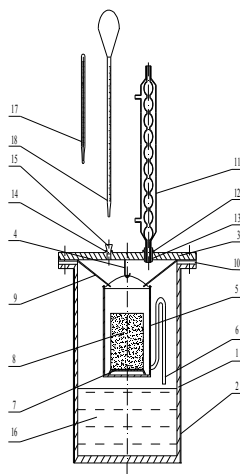


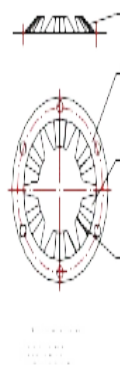
Рис. 6.1. Аппарат для экстрагирования образцов большого диаметра.

1 - корпус экстрактора; 2 - теплоизоляционный материал; 3 - крышка экстрактора; 4 - крючок для подвешивания стакана; 5 - стакан; 6 - сифон; 7 - подставка; 8 - образец керна; 9 - лепестковый конденсатор; 10 - уплотнитель; 11 - холодильник; 12 - гнездо для подключения холодильника; 13 - пробка для крепления холодильника; 14 - отверстие для термометра и пипетки; 15 - пробка для отверстия 14; 16 - экстрагент; 17 - термометр; 18 - пипетка для отбора пробы экстрагента

1 – корпус экстрактора; 2 – теплоизоляционный материал; 3 – крышка экстрактора; 4 – крючок для подвешивания стакана; 5 – стакан; 6 – сифон; 7 – подставка; 8 – образец керна; 9 – лепестковый конденсатор; 10 – уплотнитель; 11 – холодильник; 12 – гнездо для подключения холодильника; 13 – пробка для крепления холодильника; 14 – отверстие для термометра и пипетки; 15 – пробка для отверстия 14; 16 – экстрагент; 17 – термометр; 18 – пипетка для отбора пробы экстрагента

**Рисунок 6.1 – Аппарат для экстрагирования образцов большого диаметра**





1 – основание конденсатора; 2 – охлаждающие сегменты; 3 – направленные каплеуловители

**Рисунок 6. 2 – Лепестковый конденсатор**

## **6.2 Экстрагирование**

**6.2.1** Экстрагирование заключается в длительной выдержке образцов в горячем растворителе при температуре, близкой к температуре кипения, с целью полного извлечения экстрагируемого вещества и перехода его из жидкой или твердой фазы в

фазу жидкого экстрагента при их взаимном соприкосновении. В процессе экстрагирования происходит очищение емкостного пространства образца от нефти, битумов, воды и солей.

**6.2.2** Окончание процесса экстрагирования контролируют колориметрическим методом.

### 6.3 Требования безопасности

**6.3.1** При экстрагировании следует принимать все меры безопасности, которые предусмотрены для работы с вредными горючими и легковоспламеняющимися жидкостями, а также с электроприборами.

**6.3.2** Все операции, связанные с экстрагированием, необходимо проводить только в вытяжном шкафу на удалении от других работ, при работающей вентиляции и закрытых створках.

**6.3.3** Приточно-вытяжную вентиляцию следует включать за 30 минут до начала работы и выключать через 30 минут после окончания.

**6.3.4** Необходимо следить за циркуляцией воды в холодильнике, для чего шланг с выходящей струей следует укрепить так, чтобы струя была хорошо заметна. Периодически прикосновением руки нужно проверять температуру холодильника. Нельзя оставлять аппарат с включенным в сеть электронагревателем без присмотра.

**6.3.5** В помещении экстракционной должны быть порошковые огнетушители, листовой асбест, ящики с сухим песком, лопата, кошма, шерстяные покрывала.

**6.3.6** Запрещается в помещении экстракционной хранение горючих материалов и предметов.

**6.3.7** Электронагревательные приборы должны быть установлены на защитное покрытие.

### 6.4 Требования к квалификации исполнителей

**6.4.1** К проведению экстрагирования допускаются специалисты с высшим или средним специальным образованием, а также лица с общим средним образованием, прошедшие специальную подготовку. Исполнитель должен знать лабораторное оборудование и правила его эксплуатации; правила и нормы охраны труда, техники безопасности, противопожарной защиты и производственной санитарии.

### 6.5 Условия проведения процесса экстрагирования

**6.5.1** При проведении экстрагирования соблюдают внешние условия, приведенные в таблице 6.1.

**Таблица 6.1 – Условия экстрагирования**

Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельное отклонение
Температура в экстракционной камере	Соответствует температуре кипения растворителя (согласно таблице 6.1)	$\pm 2$ °C
Температура окружающей среды	20 °C	$\pm 2$ °C
Напряжение в электрической сети	230 В	$\pm 23$ В
Частота электрического тока	50 Гц	$\pm 1$ Гц

## **6.6 Подготовка к проведению экстрагирования**

**6.6.1** При подготовке к выполнению экстрагирования проводят следующие работы.

**6.6.1.1** Образцы для экстрагирования готовят в соответствии с ГОСТ 26450.0. Для этого торцы цилиндрических кусков керна с сохраненным при выбурировании диаметром подрезают алмазно-абразивным кругом и подтачивают на наждачном круге.

**6.6.1.2** Торцы керна экстрагируют в том же аппарате и используют в дальнейшем для различных видов анализа, предусматривающих измельчение и дробление породы, а также применение образцов малого размера.

**6.6.1.3** В случае, если образцы после выбурирования были загерметизированы (покрыты пропарафиненной марлей), перед экстракцией их следует расконсервировать.

**6.6.1.4** Перед загрузкой в аппарат образцы необходимо подготовить:

- рыхлые образцы перед экстрагированием оборачивают фильтровальной бумагой;
- для ускорения процесса экстрагирования пород, насыщенных тяжелыми нефтями, и пород с высокой степенью нефтенасыщенности образцы выдерживают в керосине в течение от 1 до 2 суток при температуре от 18 °С до 20 °С.

**6.6.1.5** Оптимальный растворитель для экстрагирования, обеспечивающий требуемую глубину извлечения и одновременно сохранность образцов, для каждой партии кернового материала подбирают экспериментально.

## **6.7 Проведение процесса экстрагирования**

**6.7.1** При проведении экстрагирования выполняют следующие операции:

**6.7.1.1** Образец необходимо загрузить в аппарат. Для этого:

- подставку 7 помещают на дно стакана 5 с сифоном 6 и ставят на нее образец 8;
- чистый растворитель заливают в стакан 5 до полного слива через сифон 6 в корпус аппарата 1;

- после этого заполняют пустой стакан 5 чистым растворителем, не доливая до верхнего уровня сливной трубки сифона 6;

- минимальный общий объем растворителя, заливаемого в аппарат, равен двум объемам стакана 5 за вычетом одного объема экстрагируемого образца 8;

- максимальный общий объем растворителя, необходимого для экстрагирования керна, не должен превышать уровня, при котором конец сифона 6 касается поверхности растворителя 16 в корпусе аппарата 1, при условии, что весь общий объем растворителя находится в этом корпусе;

- затем на нижней части крышки аппарата 3 устанавливают лепестковый конденсатор 9 и фторопластовую прокладку 10;

- конденсатор располагают так, чтобы лепесток с меньшей длиной находился под отверстием 14 для погружения термометра 17 и пипетки 18 для отбора экстрагента;

- стакан 5 с образцом 8 подвешивают на крючок 4, укрепленный на крышке. Затем закрепляют крышку 3 шестью болтами и устанавливают аппарат на электронагреватель. После этого устанавливают холодильник 11;

- убедившись в герметичности соединений и наличии циркуляции воды в холодильнике, включают электронагреватель. Регулятор мощности устанавливают на максимальном значении. После того, как жидкость закипит, его переводят в такое положение, при котором не происходит бурного кипения растворителя.

**6.7.1.2** При установившемся режиме пары экстрагента 16 конденсируются в отводе крышки 3, на охлаждающих сегментах лепесткового конденсатора 9 и, стекая, попадают в стакан 5 с образцом 8 за счет направленных каплеуловителей. По мере заполнения стакана 5 жидкость сливается в корпус 1. Этот процесс проходит циклически до полной очистки образца от солей, воды, нефтей и битумов.

**6.7.1.3** Окончание процесса экстрагирования контролируют замером концентрации нефти в экстрагенте, периодически отбираемом пипеткой 14 из стакана 5, колориметрическим методом.

**6.7.1.4** По завершении экстрагирования выключают электронагреватель, дают аппарату остыть и разбирают его. Из стакана 5 вынимают образец 8.

**6.7.1.5** Для дополнительного контроля полноты экстракции образцы выдерживают в чистом растворителе от 15 до 40 часов.

**6.7.1.6** Экстракцию считают законченной, если за это время не происходит изменения окраски растворителя. В случае окрашивания раствора образец вновь загружают в экстрактор и продолжают процесс.

**6.7.1.7** Убедившись в том, что емкостное пространство образца полностью очищено от углеводородов, его помещают в сушильный шкаф с температурой  $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$  и сушат там до постоянного веса.

**6.7.1.8** Высушенный образец охлаждают в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием или высокодисперсным силикагелем.

## 6.8 Контроль полноты экстрагирования

**6.8.1** Степень полноты очистки емкостного пространства образцов от воды, нефтей, битумов и солей определяют колориметрическим методом, который заключается в определении концентрации нефти в экстрагенте путем измерения оптической плотности данного раствора при определенной длине волны светофильтра на колориметре фотоэлектрическом концентрационном. Экстрагирование кернового материала продолжают до тех пор, пока оптическая плотность и концентрация отбираемого экстрагента будут равны 0.

## 6.9 Оформление результатов выполнения измерений по результатам контроля полноты экстрагирования

**6.9.1** Результаты выполнения измерений оформляют записью в журнале по форме, приведенной в таблице 6.2.

**Таблица 6.2 – Результаты контроля полноты экстрагирования образцов колориметрическим методом**

Дата	Скважина , номер	Номер образца	Длина волны $\lambda$ , нм	Рабочая длина кюветы, мм	Оптическая плотность пробы D, Б	Концентрация нефти в растворителе, г/мл
1	2	3	4	5	6	7

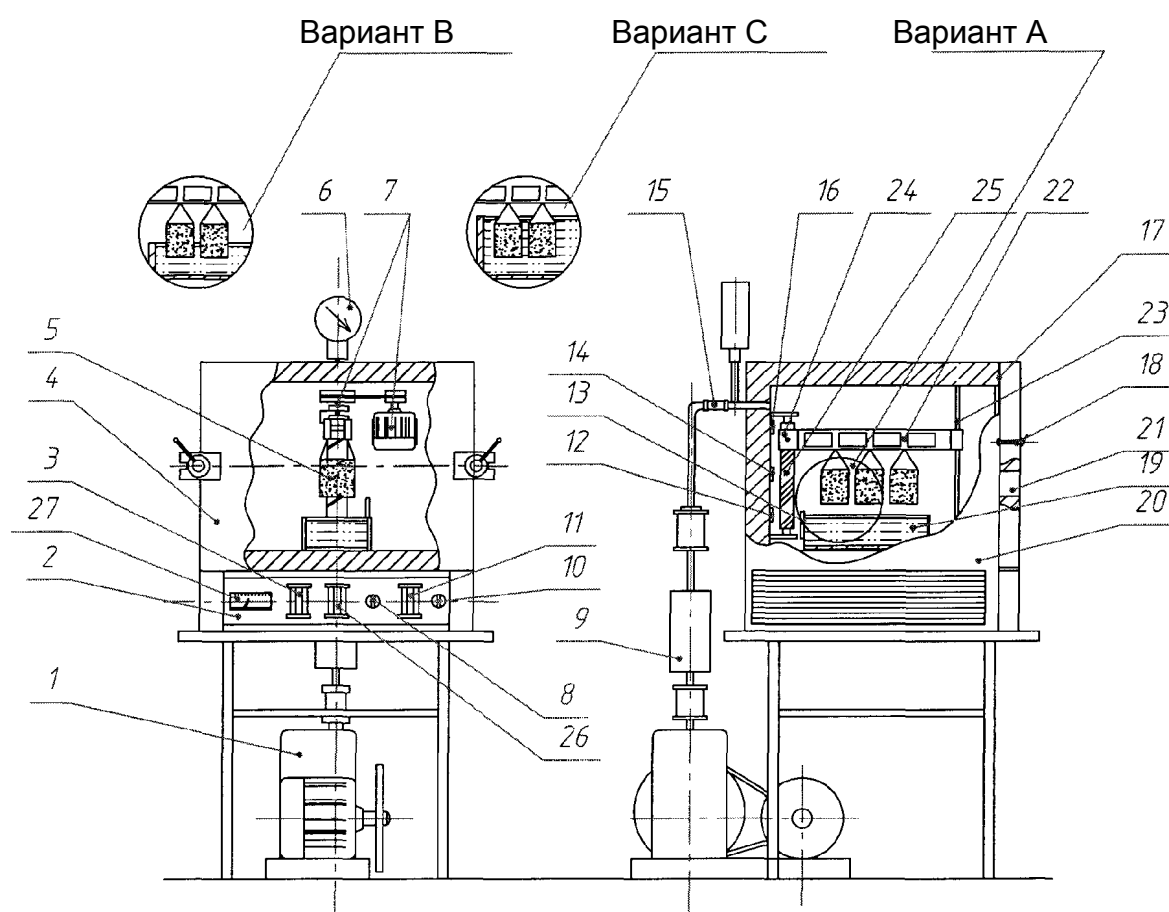
## 7 Определение коэффициента открытой пористости на кернах большого диаметра

Результаты определения коэффициента открытой пористости признаются достоверными при выполнении их с относительной погрешностью при доверительной вероятностью  $P=0,95$ :

при $K_{o.п.} > 15\%$ и $K > 100$ мД	$\pm 0,2\%$
при $5 < K_{o.п.} < 15\%$ и $10 < K < 100$ мД	$\pm 0,4\%$
при $K_{o.п.} < 5\%$ и $K < 10$ мД	$\pm 1,0\%$

### 7.1 Оборудование, материалы, реактивы

7.1.1 Для насыщения образцов большого диаметра применяют автоматическое устройство для поэтапного насыщения, показанное на рисунке 7.1



1 – вакуумный насос; 2 – блок управления (панель); 3 – переключатель (тумблер); 4 – дверца шкафа; 5 – керны; 6 – мановакууметр; 7 – электродвигатель с редуктором; 8 – индикаторная лампа контроля насыщения; 9 – ловушка; 10 – индикаторная лампа; 11 – тумблер включения сети; 12, 14, 16 – концевые выключатели; 13 – жидкость насыщения; 15 – муфта соединительная; 17 – уплотнительная прокладка; 18 – запорная ручка шкафа; 19 – емкость для насыщающей жидкости; 20 – корпус шкафа; 21 – смотровое окошко; 22 – рычаг для подвески кернов; 23 – направляющая штанга; 24 – редуктор; 25 – двухходовой вал; 26 – переключатель режима насыщения; 27 – автоматический терморегулятор

**Рисунок 7.1 – Принципиальная схема автоматического устройства для поэтапного насыщения кернов**

Устройство состоит из:

- вакуумного шкафа 20;
- подводящих трубок с муфтами 15;
- ловушки 9;
- вакуумного насоса 1;
- мановакуумметра 6 и блока управления 2;
- смотрового окошка 21 на двери 4.

**7.1.1.1** Внутри шкафа размещен механизм для погружения образцов 5 в емкость 19 с жидкостью насыщения. Механизм состоит из:

- электродвигателя 7;
- двухходового вала 25 с втулкой 24, на которой укреплен рычаг 22 для подвеса образцов длиной до 250 мм;
- направляющей опоры 23;
- температура 20 °С внутри шкафа поддерживается автоматическим терморегулятором 27.

**7.1.2** Технические характеристики перечисленных приборов и оборудования.

а) Шкаф вакуумный:

- время достижения рабочего вакуума – 30 мин;
- размеры камеры (ширина x высота) – 450 x 420 мм.

Вакуумный шкаф должен быть герметичен при остаточном давлении  $1,3 \cdot 10^{-3}$  МПа.

б) Вакуумный насос 2 ДСЕ8/1:

- конечное давление -  $6,7 \cdot 10^{-8}$  МПа;
- объем откачиваемого сосуда не более 1 м<sup>3</sup>.

в) Вакуумметр ВО- 11201 по ТУ 25-05-1664 с верхним пределом измерения – 0,1 МПа, класс точности 0,4.

**7.1.3** Допускается использовать другое оборудование для вакуумирования. При этом должны выполняться основные требования, предъявленные к конструктивным элементам аппарата:

- аппарат должен быть герметичен при остаточном давлении  $2,0 \cdot 10^{-4}$  МПа;
- должны быть обеспечены: отдельное вакуумирование образцов и жидкости в одном объеме и медленное погружение образцов в жидкость с возможностью фиксации погружения на определенном уровне;
- конструкция аппарата должна обеспечивать медленное приведение давления к атмосферному осторожным открытием вентиля после остановки вакуум-насоса по истечении заданного промежутка времени;
- для контроля вакуума используют образцовый пружинный вакуумметр;
- применение электрических устройств внутри аппарата может быть допущено при условии соблюдения правил безопасности для сред, насыщенных легкими парами нефтепродуктов;

- перед вакуум-насосом необходимо установить ловушку;

- на вакуумной линии к аппарату должен быть установлен запорный кран.

**7.1.4** Весы лабораторные 3-го класса точности по ГОСТ 24104.

**7.1.5** Шкаф сушильный термостатируемый, с рабочей температурой  $(105 \pm 2)$  °С.

**7.1.6** Термометр по ГОСТ 28498.

**7.1.7** Термометры ртутные стеклянные типа ТЛ-4 в соответствии с [4]. В случае разногласий применяют термометр с ценой деления 0,05 °С, калиброванный на полное погружение.

**7.1.8** Эксикатор типа Э по ГОСТ 25336.

**7.1.9** Керосин технический по ГОСТ 18499 или керосин осветительный по ГОСТ 4753.

**7.1.10** Силикагель марки КСКГ по ГОСТ 3956.

**7.1.11** Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

**7.1.12** Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

## **7.2 Определение открытой пористости насыщением**

**7.2.1** Объем пор определяют объемом насыщающей жидкости, вошедшей в поровое пространство образца, объем образца – гидростатическим взвешиванием насыщенного жидкостью образца в жидкости. В качестве насыщающей жидкости применяют керосин, дистиллированную воду или модель пластовой воды.

**7.2.1.1** Насыщающая жидкость не должна:

- вызывать набухания породы, отслаивания частиц, деформации образца;
- вступать с веществом породы в химическое взаимодействие;
- быть токсичной.

**7.2.2.** Сущность заключается в следующем:

- определяют массу сухого образца породы в воздухе ( $M_1$ );
- образец насыщают в жидкости и взвешивают гидростатически на проволочной подвеске ( $M_2 + a$ );
- определяют гидростатическим взвешиванием массу подвески ( $a$ );
- после удаления жидкости с поверхности, образец взвешивают в воздухе ( $M_3$ );
- коэффициент открытой пористости рассчитывают по формуле

$$K_{o.n.} = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100\% \quad (7.1)$$

где  $M_1$  – масса абсолютно сухого образца горной породы, г;

$M_2$  – масса насыщенного образца горной породы в насыщающей жидкости, г;

$M_3$  – масса насыщенного образца горной породы в воздухе, г.

### 7.3 Требования безопасности при определении открытой пористости

**7.3.1** Легковоспламеняющиеся жидкости (керосин) должны храниться в толстостенной стеклянной таре с притертыми пробками. Эта тара, в свою очередь, должна быть помещена в специальные металлические ящики с плотно закрытой крышкой, стенки и дно которых выложены асбестом.

**7.3.2** После окончания работ по насыщению образцов, керосин из емкости для насыщения (объемом 5 дм<sup>3</sup>) сливают в стеклянные бутылки с притертыми пробками и хранят в специальном помещении с соблюдением требований безопасности.

**7.3.3** Количество ЛВЖ и горючих жидкостей в лаборатории не должно превышать потребностей одной смены работников.

**7.3.4** Слянки, в которых содержится более 50 мл ЛВЖ, должны храниться в несгораемых железных ящиках. Запрещается хранить горючие жидкости в полиэтиленовой, а также тонкостенной посуде объемом более 200 мл.

**7.3.5** В случае возникновения пожара в лаборатории должна быть отключена вентиляция, вызвана пожарная команда и приняты меры к тушению огня собственными средствами. Применение воды для тушения не смешивающихся с водой горючих веществ (бензин, керосин, бензол, масла) не разрешается.

**7.3.6** Запрещается выливать горючие жидкости в канализацию. Отработанные горючие жидкости должны собираться в специальную герметически закрывающуюся тару, которая в конце рабочего дня должна быть удалена из лаборатории и утилизирована.

**7.3.7** Запрещается работать без резиновых перчаток при шлифовке горных пород, содержащих растворимые в воде соли.

**7.3.8** Сосуды, предназначенные для работы в вакууме, должны быть предварительно испытаны под предохранительными колпаками при помощи вакуумного насоса.

**7.3.9** Запрещается оставлять без присмотра работающую вакуумную установку.

**7.3.10** Установка должна быть снабжена в обязательном порядке ловушкой (для сбора испарений).

**7.3.11** Запрещается эксплуатация вакуумной установки в случае, если наблюдается вытекание масла через сальник вакуумного насоса. В этом случае следует отключить установку и устранить неисправность.

**7.3.12** Запрещается оставлять керновый материал для просушки в нагретых сушильных шкафах без специального надзора.

**7.3.13** Корпуса всех приборов должны быть заземлены.

**7.3.14** После окончания работы перед уходом из лаборатории необходимо отключить электроэнергию, воду во всех помещениях. Оставлять электроприборы после окончания работы под напряжением категорически запрещается.

#### 7.4 Требования к квалификации исполнителей

**7.4.1** К работам по определению коэффициента открытой пористости допускаются специалисты с высшим или средним специальным образованием, а также лица с общим средним образованием, прошедшие специальную подготовку.

**7.4.2** Исполнитель должен знать руководящие, нормативные и справочные материалы по тематике работы; методы проведения анализов; действующие стандарты на выполнение измерений; лабораторное оборудование и правила его эксплуатации; методы и средства выполнения расчетов; правила и нормы охраны труда; техники безопасности, противопожарной защиты и производственной санитарии.

#### 7.5 Условия проведения измерений

**7.5.1** При проведении измерений соблюдают внешние условия, приведенные в таблице 7.1.

**Таблица 7.1 – Рекомендуемые условия измерений**

Температура в градусах Цельсия

Наименование операции	Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельное отклонение
Сушка образцов	Температура в сушильном шкафу	105	$\pm 2$
Насыщение образцов	Температура в вакуумном шкафу	20	$\pm 2$
	Разрежение в вакуумном шкафу	0,1 МПа	-
	Напряжение в электрической сети	230 В	$\pm 20$ В
Гидростатическое взвешивание образцов	Температура жидкости насыщения	Не менее 15	$\pm 0,5$
Определение плотности жидкости насыщения	Температура жидкости насыщения	Соответствует температуре гидростатического взвешивания, не менее 15	$\pm 0,5$
Взвешивание образцов	Температура воздуха в помещении	Не менее 15	

ТКП/РП

**7.5.2** С целью достижения наиболее полного насыщения образцов необходимо соблюдать режимы насыщения, приведенные в таблице 7.2. При выборе режима



## ТКП 17.04-42-2012

насыщения следует оценить тип коллектора и уточнить, чем обусловлена проницаемость породы. Для плотных пород, фильтрационные свойства которых predeterminedены трещиноватостью, выбирают режим насыщения, как для плохо проницаемых пород (менее 0,1 мД) независимо от того, какая величина проницаемости характеризует образец.

**7.5.3** Для образцов, проницаемость которых не может быть определена из-за их неправильной формы, режим насыщения выбирают в соответствии с типом коллектора (колонка 2 таблицы 7.2).

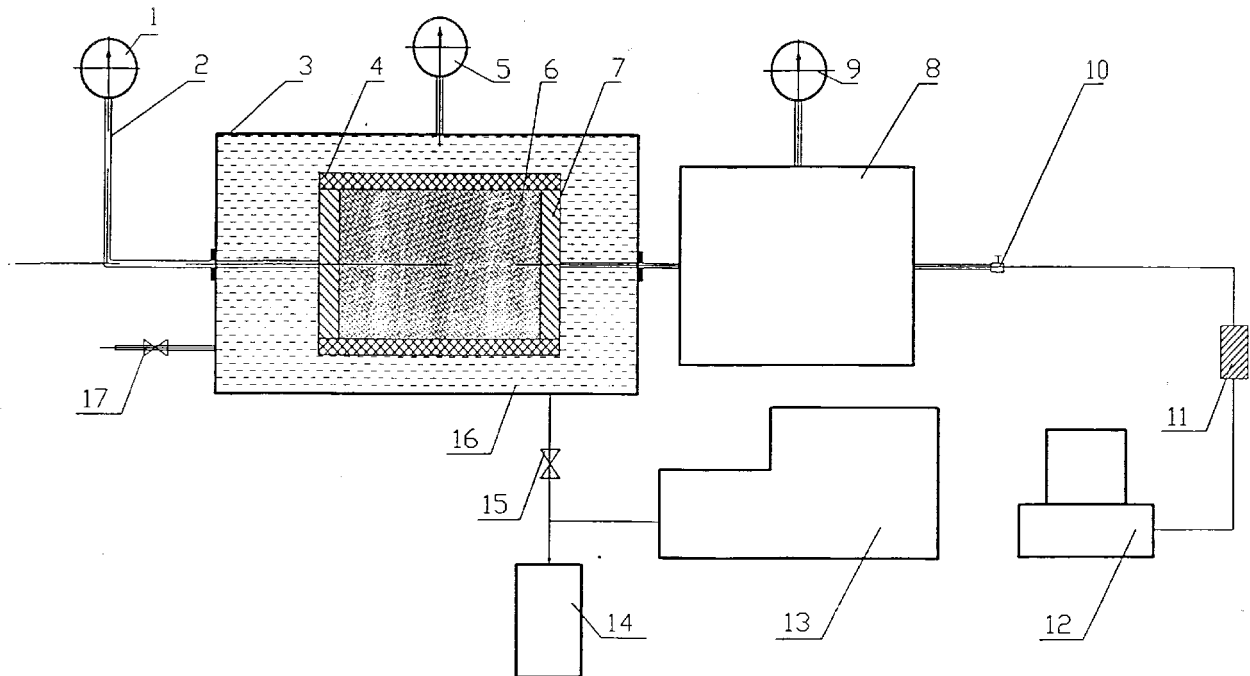
**Таблица 7.2 – Таблица рекомендуемых режимов насыщения образцов при определении коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением**

Время в часах

Проницаемость, мД ( $10^{-3}$ мкм <sup>2</sup> )	Тип коллектора	Масса образца, г	Раздельное вакуумирование образца	Капиллярная пропитка под вакуумом	Вакуумирование образцов под слоем жидкости	Донасыщение при атмосферном давлении	
10, более	Неоднородные, кавернозно-пористые с полыми кавернами	от 300 до 800	2,0*	2,0	2,0	24	
от 1 до 10			2,5*	2,5	3,0	24	
от 0,1 до 1	Неоднородные, кавернозно-трещиновато-пористые с полыми и частично зацементированными кавернами		3,0*	2,5	4,0	48	
0,1, менее	Трещиноватые, плотные; с зацементированными кавернами		5,0*	3,0	4,0	72	
10, более	Неоднородные, кавернозно-пористые с полыми кавернами		от 800 до 1500	2,0*	2,0	2,5	24
от 1 до 10				3,0*	2,5	4,0	48
от 0,1 до 1	Неоднородные, кавернозно-трещиновато-пористые с полыми и частично			3,0	4,0	72	

	зацементированными кавернами		5,0*			
0,1, менее	Трещиноватые, плотные; с зацементированными кавернами		5,0*	3,0	4,0	96
Примечание * – для образцов неправильной формы						

**7.5.4** Определение времени отдельного вакуумирования образцов стандартных размеров производится на приборе РВК-1, схема которого показана на рисунке 7.2



1,9 – мановакууметры; 2 – капиллярная трубка; 3 – камера высокого давления; 4 – резиновое уплотнение; 5 – манометр; 6 – керн; 7 – кернодержатель; 8 – ресивер газовый; 10 – манифольд с краном; 11 – ловушка вакуумная; 12 – вакуумный насос; 13 – насос дозатор; 14 – напорная емкость; 15, 17 – вентиль; 16 – масло

**Рисунок 7.2 – Схема прибора РВК для определения времени отдельного вакуумирования керна**

Порядок определения времени отдельного вакуумирования:

- образец 6 помещают в резиновую манжету с перфорированной стальной втулкой и монтируют на кернодержателях 7 в камере высокого давления в соответствии с рисунком 7.2;

- из напорной емкости 14 насосом-дозатором (НД 16/400) 13 масло подают в камеру высокого давления (КВД) 3 для герметизации образца. Величину давления контролируют манометром 5. При достижении заданного давления вентиль 15 закрывают;

- избыток воздуха в КВД стравливают через кран 16;

- вакуумным насосом 12 при открытом вентиле 10 создают разрежение в газовом ресивере (минус 0,1 МПа), контролируемое мановакууметром 9;

## ТКП 17.04-42-2012

- при достижении необходимой величины закрывают вентиль 10, фиксируя тем самым время начала вакуумирования образца;

- время окончания вакуумирования образца устанавливают по уравниванию показаний мановакууметров 9 и 1 (минус 0,1 МПа).

**7.5.5** Для плотных пород, характеризующихся пористостью меньше 5 %, следует вести определения на образцах с сохраненным при выбуривании диаметром длиной от 13 до 15 см. Уменьшение объема образца влечет за собой ошибки за счет увеличения отношения веса пленки жидкости (керосина) к объему пор образца. При этом значение открытой пористости часто превышает значение пористости абсолютной.

**7.5.6** Для неоднородных, со сложным строением порового пространства коллекторов определения открытой пористости следует вести на образцах с сохраненным при выбуривании диаметром, весом до 1,5 кг. Определения на отдельных фрагментах этого образца не допускаются.

**7.5.7** Допускается применение другого оборудования, материалов и реактивов, обеспечивающих необходимую точность измерений.

### 7.6 Подготовка к выполнению измерений

**7.6.1** При подготовке к определениям проводят следующие работы:

**7.6.1.1** Керновый материал готовят к исследованиям в соответствии с ГОСТ 26450.0 и разделом 6.

**7.6.1.2** Для измерений используют отэкстрагированный керновый материал с сохраненным при выбуривании диаметром и весом от 300 до 1000 г и более.

**7.6.1.3** Слабосцементированные сыпучие образцы укрепляют тонким слоем клея, оставляя участки поверхности для прохождения насыщающей жидкости.

**7.6.1.4** Керосин очищают от смол двух-, трехкратной фильтрацией через силикагель в адсорбционных колонках или делительных воронках, заполненных на 2/3 объема силикагелем.

### 7.7 Проведение измерений

**7.7.1** Отэкстрагированные, высушенные до постоянной массы при температуре  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ , охлажденные в эксикаторе образцы взвешивают с погрешностью до  $\pm 0,02$  г –  $M_1$ .

**7.7.2** Насыщение образцов производят следующим образом:

**7.7.2.1** Образцы 5 подвешивают на регулируемых подвесах на рычаг 22 в соответствии с рисунком 7.1. Образцы кавернозных и трещиноватых пород следует расположить так, чтобы наиболее крупные каверны находились в верхней части.

**7.7.2.2** В емкость 19 наливают насыщающую жидкость 13, подготовленную в соответствии с требованиями 7.6; 9.6.5; 9.6.6.

**7.7.2.3** Вакуумный шкаф герметично закрывают, включают вакуумный насос 1.

**7.7.2.4** Образцы и жидкость вакуумируют отдельно (вариант А рисунок 7.1) в одном объеме в течение времени, определенного по прибору РВК-1 или таблице 7.2. Испаряемый керосин на молекулярном уровне заполняет капилляры образца.

**7.7.2.5** По истечении времени отдельного вакуумирования на пульте включают тумблер 3 и механизм опускает образцы в жидкость от 10 до 20 мм для капиллярной пропитки (вариант В рисунок 7.1). Для образцов массой от 300 до 800 г через интервал времени, равный 1/2 времени, указанному в таблице 7.2, образцы опускают на глубину от 30 до 40 мм. Для образцов массой от 800 до 1500 г образцы через равные промежутки времени (1/3 времени, указанному в таблице 7.2) опускают на глубину от 30 до 40 мм и от 70 до 80 мм.

**7.7.2.6** Включают тумблер и образцы погружают полностью в емкость с жидкостью ниже ее уровня на 15 мм (вариант С рисунок 7.1).

**7.7.2.7** Насыщение продолжают при температуре  $(20 \pm 2)$  °С, которую поддерживают терморегулятором 27 автоматически.

**7.7.2.8** По окончании насыщения, давление в вакуумном шкафу медленно приводят к атмосферному и оставляют для донасыщения. Время донасыщения выбирают в соответствии с таблицей 7.2.

**7.7.2.9** После окончания процесса насыщения и донасыщения образцы взвешивают гидростатически, определяя массу каждого образца, погруженного в жидкость –  $M_2$ . Для этого стакан с жидкостью помещают под весами на подъемный мостик. Из емкости с насыщающей жидкостью извлекают образец и помещают его в подвес, который подвешивают к крючку под весами. Образец при этом должен быть погружен в стакан с жидкостью под уровень последней и не должен касаться стенок и дна стакана в момент взвешивания. Уровень жидкости в стакане в момент достижения равновесия должен быть приведен к одной и той же отметке для всех образцов с целью исключения погрешности взвешивания подвеса. Определяют массу образца, помещенного в жидкость с подвесом –  $M_2+a$ .

**7.7.2.10** По окончании гидростатического взвешивания образцов измеряют массу подвеса в жидкости –  $a$ .

**7.7.1.11** Проводят взвешивание насыщенных образцов в воздухе. Для этого с поверхности каждого образца удаляют избыток жидкости с помощью смоченной в этой же жидкости фильтровальной бумаги или обкатывают образец на стекле, пока поверхность образца не потеряет блеск и не станет матовой. Определяют массу насыщенного образца в воздухе –  $M_3$ .

**7.7.1.12** Ареометром определяют плотность насыщающей жидкости  $\rho_{ж}$ .

## 7.8 Обработка результатов измерений

**7.8.1** Обработку результатов определения коэффициента открытой пористости выполняют следующим образом:

**7.8.1.1** Коэффициент открытой пористости  $K_{o.n.}$  в процентах вычисляют по ранее приведенной формуле 7.1.

**7.8.1.2** Ввиду неоднородности ядерного материала даже в пределах одного метра и невозможности получения двух или трех идентичных образцов большого размера с одного ядерного материала, определения коэффициента открытой пористости ведут на единичных образцах. Результат  $K_{o.n.}$ , полученный при определении по данной методике, считается окончательным.

**7.8.2** После определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением по результатам взвешивания образца рассчитывают объемную плотность ( $\rho_n$ ), г/см<sup>3</sup>, по формуле

$$\rho_n = \frac{M_1 \cdot \rho_{ж}}{M_3 - M_2} \quad (7.2)$$

где  $\rho_{ж}$  – плотность рабочей жидкости, г/см<sup>3</sup>,

**7.8.3** Кажущуюся минералогическую плотность ( $\rho_{к.м.п}$ ), г/см<sup>3</sup> определяют по формуле

$$\rho_{к.м.п} = \frac{M_1 \cdot \rho_{ж}}{M_1 - M_2} \quad (7.3)$$

**7.8.4** Емкость пор образца рассчитывают по формуле

$$V_n = (M_3 - M_1) / \rho_{ж} \quad (7.4)$$

## 7.9 Оформление результатов измерений

7.9.1 Результаты определения коэффициента открытой пористости оформляют запись в журнале по форме, приведенной в таблице 7.3.

Таблица 7.3 – Результаты определения коэффициента открытой пористости

Лабораторный номер образца	Масса сухого образца, $M_1$ , г	Масса насыщенного образца с подвесом в жидкости, $M_2+a$ , г	Масса подвеса в жидкости, а, г	Масса насыщенного образца в жидкости, $M_2$ , г	Масса насыщенного образца в воздухе, $M_3$ , г	Масса жидкости в порах образца ( $M_3-M_1$ ), г	Масса вытесненной жидкости ( $M_3 - M_2$ ), г	Коэффициент открытой пористости $K_{o.p.}$ , %	Плотность рабочей жидкости, $\rho_{ж}$ , г/см <sup>3</sup>	Объемная плотность, $\rho_n$ , г/см <sup>3</sup>	Кажущаяся минералогическая плотность, $\rho_{к.м.п.}$ , г/см <sup>3</sup>	Емкость пор образца $V_n$ , м <sup>3</sup>

## 8 Определение коэффициента вытеснения нефти водой на кернях большого диаметра

Результаты определения коэффициента вытеснения нефти водой признают достоверными при выполнении их с относительной погрешностью, не превышающей  $\pm 3\%$  с доверительной вероятностью  $P=0,95$ .

### 8.1 Аппаратура, реактивы и материалы

#### 8.1.1 Реактивы и материалы:

- керосин технический по ГОСТ18499 или осветительный по ГОСТ 4753;
- сжатый воздух или азот в баллонах А-150 по ГОСТ 949;
- масло индустриальное И20А по ГОСТ 20799;
- толуол х.ч. по ГОСТ 5789;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- натрий хлористый ч.д.а. по ГОСТ 4233;

- кальций хлористый безводный х.ч. по ГОСТ 4460, ГОСТ 450;
- силикагель КСКГ по ГОСТ 3956;

#### 8.1.2 Средства измерений:

- цилиндр мерный 1-10, 1-25, 1-50, 1-100, 1-250, 1-500; 1-1000 по ГОСТ 1770;
- пипетка градуированная 2-1-5 по ГОСТ 20292;
- весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью  $\pm 0,0005$  г при взвешивании до 50 г по ГОСТ 24104;
- весы электронные 3-го класса точности с погрешностью  $\pm 0,05$  г по ГОСТ 24104;
- вискозиметры стеклянные капиллярные ВПЖ-1 по ГОСТ 10028;
- ареометры типа АОН-1 по ГОСТ 18481;
- цилиндры для ареометров стеклянные по ГОСТ 18481;
- колориметр фотоэлектрический концентрационный по ГОСТ 8.298 или спектрофотометр по ГОСТ 12997;
- пикнометр типа ПЖЗ-1-50-0,7-КШ по ГОСТ 22524;
- термометры по ГОСТ 28498, ртутные стеклянные типа ТЛ-4 в соответствии с [4] или термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов типа ТИН-5 по ГОСТ 400 при использовании ареометров типа АОН. Термометр должен быть калиброван на полное погружение;
- барометр-анероид по ГОСТ 6359.

#### 8.1.3 Вспомогательное оборудование:

- воронка лабораторная В-25-ХС по ГОСТ 25336;
- стакан В-100-1, В-250-1, В-400-1, В-600-1, В-2500-1 по ГОСТ 25336;
- ложка №2 по ГОСТ 25336;
- шпатель №3 по ГОСТ 25336;
- стеклянная палочка по ГОСТ 25336;
- эксикатор типа Э с прокаленным хлористым кальцием или силикагелем по ГОСТ 25336;
- шкаф сушильный, диапазон поддерживаемых температур от 50 до 200 °С с погрешностью стабилизации температуры  $\pm 3$  °С;
- баня водяная (термостат) для поддержания температуры с погрешностью  $\pm 2$  °С;
- шкаф вытяжной;
- установка для насыщения образцов керна под вакуумом по ГОСТ 26450.1 или другая, соответствующая указанной по техническим характеристикам и обеспечивающая необходимую точность измерений;
- установка РВК-1 или другая, соответствующая указанной по техническим характеристикам и обеспечивающая необходимую точность измерений.

**8.1.4** Для определения коэффициента вытеснения нефти водой применяется специальный блок к унифицированной лабораторной установке (УИПК), принципиальная схема которого показана на рисунке 8.1. Конструкция состоит из следующих основных узлов и деталей, связанных между собой системой соединительных трубок высокого давления, манифольдов и регулирующих вентиляей:

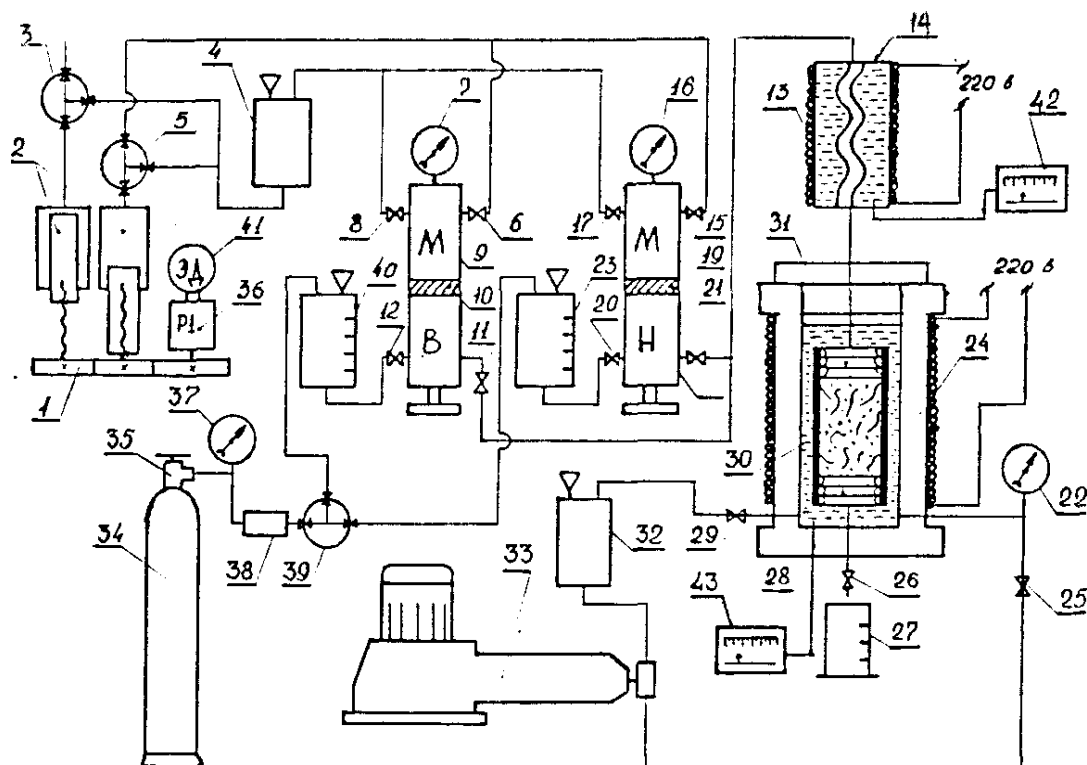
- узел подготовки флюидов;
- узел гидрообжима и дозированной подачи флюида;
- узел создания и контроля температурных режимов;
- камера высокого давления (КВД);
- газовый узел;
- узел создания противодействия.

**8.1.4.1** Узел подготовки пластовых флюидов представляет собой систему из напорных емкостей для нефтепродуктов и воды 4,23,32,40; поршневых разделителей 9,18, соединенных между собой манифольдами 3, 5, 39; регулирующих вентиляей 6,8, 11, 12, 15, 17, 20, 21; образцовых манометров по ГОСТ 6521-72 (диапазон измерения от 0 до 58,84 МПа I класса точности) 7, 16, 22, 37; трубок высокого давления.

**8.1.4.2** Узел гидрообжима и подачи флюидов состоит из прессов двойного действия 2; редукторов 1, 36, обеспечивающих постоянство расхода жидкости при давлении фильтрации и приводимых в действие электродвигателем 41; насоса-дозатора 33 для создания и поддержания давления гидрообжима в камере высокого давления. Соединения в узле выполнены трубками высокого давления с регулирующими вентилями 25, 26, 29. Контроль за величиной давления обжима осуществляется электроконтактным манометром 22. Скорость подачи флюида, его расход, давление регулируются и контролируются электронным узлом управления.

**8.1.4.3** Узел создания и контроля температурных режимов состоит из масляной камеры 14, в которой масло нагревается электронагревателем 13 до заданной температуры и нагревает воду для подачи в КВД; электронагревательного элемента 24 для создания пластовой температуры. Контроль, регулирование, поддержание температурных параметров осуществляется микропроцессорными измерителями-регуляторами ТРМ-1 согласно [6] с диапазоном измерений от минус 199 °С до плюс 650 °С – 42, 43.

**8.1.4.4** Газовый узел включает: баллон с азотом или сжатым воздухом 34; редуктор высокого давления 35; хлоркальциевую трубку для осушения газа 38; манифольд 39; соединенные между собой трубками высокого давления напорную емкость 40, манометр 37, регулирующие ventили 11, 12, 21 на поршневых разделителях.

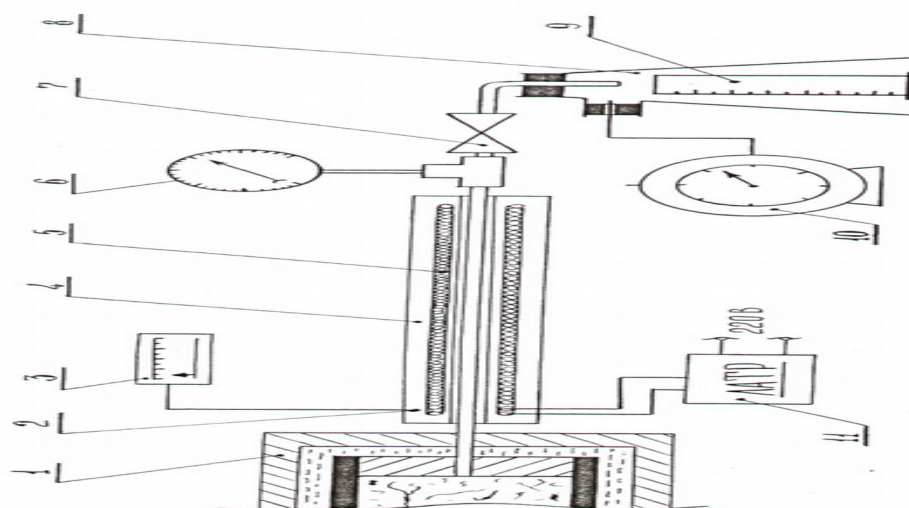


1 – редуктор нерегулируемый; 2 – пресса; 3,5 – манифольды (масло); 4 – масляный бачок; 6 – вентиль масляный входной поршневого разделителя; 7 – манометр; 8 - вентиль масляный выходной водяной поршневого разделителя; 9 – поршневой разделитель; 10 – поршень поршневого разделителя; 11 – вентиль выходной водяной поршневого разделителя; 12 – вентиль входной водяной поршневого разделителя; 13 – нагревательный элемент; 14 – масляная камера; 15 – вентиль входной масляный поршневого разделителя; 16 – манометр; 17 – вентиль выходной масляный поршневого разделителя; 18 – поршневой разделитель; 19 – поршень поршневого разделителя; 20 – вентиль входной нефтяной поршневого разделителя; 21 – вентиль выходной нефтяной поршневого разделителя; 22 – манометр (давление обжима); 23 – мерный бачок нефтяной; 24 – нагревательный элемент (нагрев КВД); 25 – вентиль входной масляный обжима в КВД; 26 – вентиль; 27 – мерный цилиндр; 28 – кернодержатель; 29 – вентиль выходной масляный

обжима в КВД; 30 – керн; 31 – кернодержатель; 32 – масляный бачок; 33 – насос-дозатор; 34 – баллон газовый; 35 – газовый редуктор; 36 – редуктор регулируемый; 37 – манометр газовый; 38 – газовый осушитель; 39 – манифольд (газ); 40 – мерный бачок водяной; 41 – эл.двигатель; 42 – прибор для контроля температуры воды; 43 – прибор контроля температуры в КВД

**Рисунок 8.1 – Принципиальная схема блока к унифицированной лабораторной установке для определения коэффициента нефтевытеснения**

**8.1.4.5** Принципиальная схема узла создания противодействия приведена на рисунке 8.2. Принцип работы узла заключается в следующем. В зависимости от условий эксперимента, требующего определенного перепада давления флюида, на выходе из керна вентилем точной регулировки 7 шунтируют выходное отверстие, диаметр которого характеризует перепад давления между входом и выходом из камеры высокого давления 1. Величину давления на выходе регистрируют манометром 6. Обогрев трубки выхода предназначен для поддержания температурного режима вытеснения флюида до мерного цилиндра 9 и обеспечивает его максимальный сбор.



1- КВД; 2 - термопара; 3 - измеритель температуры; 4 – металло-асбестовый корпус; 5 – электроспираль; 6 – манометр; 7 – вентиль; 8 – колба стеклянная; 9 – мерный цилиндр; 10 – счетчик газа ГСБ-40; 11 – лабораторный трансформатор

**Рисунок 8.2 – Принципиальная схема узла создания противодействия к унифицированной лабораторной установке**

**8.1.4.6** Флюиды, вытесненные из керна 30, собирают в мерный цилиндр 27, который должен обеспечивать визуальное измерение объема флюида с точностью  $\pm 1,0 \text{ см}^3$  (2-ой класс точности, вместимостью от 50 до 100  $\text{см}^3$  по ГОСТ 1770).

**8.1.5** Для определения коэффициента вытеснения нефти водой могут применяться и другие механические системы, обеспечивающие подачу жидкости в образец при пластовом давлении и заданном постоянном расходе. Кернодержатель для испытания должен быть рассчитан на рабочее давление и температуру, соответствующую термобарическим условиям данной скважины или нефтеносной площади, и изготовлен из коррозионностойких сталей. На выходном трубопроводе кернодержателя допускается установка вентиля тонкой регулировки 26, с помощью которого создается противодействие на выходе флюидов из керна.

## 8.2 Измерение коэффициента нефтевытеснения

**8.2.1** Измерение коэффициента нефтевытеснения выполняют вытеснением из образцов пород-коллекторов модели нефти рабочим агентом, в качестве которого



## **ТКП 17.04-42-2012**

необходимо применять воду, используемую при заводнении данного объекта, или ее модель.

**8.2.2** В качестве модели пористой среды применяется естественный керновый материал с сохраненным при выбурировании диаметром.

**8.2.3** Для насыщения образцов используется модель нефти, параметры которой соответствуют пластовой.

**8.2.4** При проведении испытаний предусматривается создание реальных термобарических условий, максимально приближенных к пластовым, для моделирования процесса вытеснения нефти в лабораторных условиях.

### **8.3 Требования безопасности**

**8.3.1** При выполнении измерений коэффициента нефтевытеснения соблюдают следующие требования:

**8.3.1.1** Лабораторная установка для определения коэффициента вытеснения нефти водой является аппаратом, в котором флюиды находятся под давлением до 30 МПа и поэтому при работе с ней должны соблюдаться все правила безопасности, установленные для аппаратов с высоким давлением.

**8.3.1.2** Ввиду размеров, веса и специфических особенностей установки предъявляются особые требования к ее размещению:

- ширина основных проходов в помещении с установкой должна быть не менее 1 м;
- она должна быть смонтирована на специальном столе, изготовленном из труб таким образом, чтобы был доступ к ней снизу, где находится проводка, и, кроме того, можно было разместить гидравлические пресса, термостат, бюретки и необходимый инструмент. Высота стола - от 0,7 до 0,8 м;

- баллон со сжатым газом должен размещаться возле установки и быть закрепленным;

- пол в помещении лаборатории должен быть выполнен из водонепроницаемого и кислотоупорного материала, нескользким и обладать низкой теплопроводностью.

**8.3.1.3** Помимо установленных правил должны соблюдаться следующие условия:

- давление в системе необходимо повышать медленно без рывков;
- величина максимального давления в отдельных емкостях не должна превышать установленных величин:

- а) в масляном баке – не более 1 МПа;

- б) в дополнительных баках – не более 4 МПа.

**8.3.1.4** По окончании заданной операции давление в емкостях и отдельных узлах должно снижаться до атмосферного.

**8.3.1.5** При наличии в установке газа или жидкости под давлением, превышающем атмосферное, нельзя производить никаких ремонтных работ, которые могут привести к нарушению герметичности (завинчивание гаек, штуцеров, изгибание трубок и т. д.), а также ударять по установке.

**8.3.1.6** Всегда должны быть открыты вентили манометров, т. к. в противном случае может произойти разрыв прессы.

**8.3.1.7** Перед началом работы следует проверить маркировку всех вентилях в соответствии со схемой.

**8.3.1.8** К работе на установке допускаются лица, изучившие инструкцию по работе с установкой, обученные по соответствующей программе, аттестованные и имеющие удостоверение на право обслуживания сосудов, работающих под давлением, а также прошедшие обучение и проверку знаний по правилам безопасной эксплуатации газовых баллонов.

**8.3.1.9** При выпуске из установки газовой и жидкой фаз следует руководствоваться инструкцией по противопожарной безопасности при работе с горючими и взрывоопасными веществами.

**8.3.1.10** Запрещается производить изменения в схеме, находящейся под давлением, при обнаружении негерметичности (подтягивание накидных гаек, сальников).

**8.3.1.11** Сборка резьбовых соединений должна производиться от руки и только окончательная затяжка производится гаечным ключом.

**8.3.1.12** Запрещается пользоваться разработанными ключами и употреблять патрубки или другой ключ для усиления затяжки, а также вкладышами в гаечные ключи.

**8.3.1.13** Запрещается пользоваться плохо наворачивающимися частями аппаратуры.

**8.3.1.14** Закрывание и открывание вентилей производится плавно, без рывков.

**8.3.1.15** Запрещается резко выгибать трубы, находящиеся под давлением.

**8.3.1.16** Запрещается держать на стенде не требующиеся при данной работе инструменты, реактивы и посуду.

**8.3.1.17** Профилактический ремонт установки с переборкой основных узлов должен производиться не реже одного раза в год.

**8.3.1.18** После периодического ремонта и вынужденных текущих исправлений (смена трубок, вентилей) установка опрессовывается гидравлически при максимальном рабочем давлении с составлением акта опрессовки лицом, ответственным по надзору за исправное состояние и безопасную эксплуатацию сосудов, работающих под давлением.

**8.3.1.19** Запрещается производить ремонт электрической части установки, находящейся под напряжением, а также открывать блок автоматики.

**8.3.1.20** Проверку манометров следует производить согласно соответствующим правилам эксплуатации приборов и графика поверки.

**8.3.1.21** Растворы неорганических веществ после их нейтрализации с обязательным контролем водородного показателя pH медленно сливаются при постоянном перемешивании в сточную канализационную сеть сточных вод. При этом концентрация основной массы сточных вод не должна превышать установленных норм.

**8.3.1.22** Отработанные органические вещества собираются в специальные контейнеры и вывозятся в места, предназначенные для утилизации данных отходов.

**8.3.1.23** Бой стеклянной посуды и лабораторного оборудования помещают в специальные контейнеры для отходов стекла. При разрушении стеклянной части ртутных термометров капли ртути собирают, проводят соответствующую обработку и утилизируют в предназначенных для этого местах.

## **8.4 Требования к квалификации исполнителей**

**8.4.1** К выполнению измерений коэффициента вытеснения нефти водой и обработке их результатов допускаются лица с высшим техническим образованием без предъявления требований к стажу работы или средним специальным образованием и стажем работы в должности техника не менее 3 лет, а также с общим средним образованием и индивидуальным обучением на рабочем месте.

**8.4.2** Исполнитель работ должен знать оборудование лаборатории и правила его эксплуатации; действующие в данном виде исследований стандарты; положения, инструкции и другие руководящие документы, методы проведения научно-исследовательских работ; правила и нормы охраны труда, техники безопасности, производственной санитарии и противопожарной защиты.

## **8.5 Условия измерений**

**8.5.1** При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- обязательное моделирование пластовых условий;
- использование нефти и воды, соответствующих по составу и свойствам пластовым флюидам, или подобранным исходя из поставленных задач.

**8.5.2** Объектом испытания является характер взаимодействия двух несмешивающихся жидкостей (нефти и воды) при фильтрации в условиях, соответствующих (близких) к пластовым через целый, ненарушенный с сохраненным при выбурировании диаметром образец горной породы.

**8.5.3** При различии значений проницаемости породы по напластованию и перпендикулярно напластованию меньше, чем в 1,5 раза допускается применять в испытании цилиндрические образцы, ориентированные перпендикулярно напластованию.

**8.5.4** Рекомендуется при создании остаточной водонасыщенности в процессе подготовки образца к испытанию использовать пластовую воду или ее модель. Для приготовления модели пластовой воды должна быть известна ее плотность и минерализация для конкретного месторождения (скважины). Расчетным путем по катионному и анионному составу производится подбор необходимых солей для приготовления модели. В случае, если катионный и анионный состав неизвестен, готовится раствор хлористого натрия с концентрацией и плотностью, соответствующими параметрам пластовой воды данного месторождения.

**8.5.5** Для вытеснения нефти рекомендуется применять воду, используемую в качестве рабочего агента при заводнении данного объекта, или пластовую воду (ее модель) данного месторождения (скважины).

**8.5.6** При проведении измерения рекомендуется использовать безводную пластовую нефть, наиболее характерную для объекта, или ее модель. При хранении проб нефти, в том числе и дегазированной, не допускается ее охлаждение ниже температуры плюс 15 °С и ее контакт с кислородом воздуха.

**8.5.7** Нормальный режим эксплуатации установки для определения фильтрационных характеристик пород-коллекторов следующий: температура внешней среды от плюс 15 °С до плюс 30 °С, относительная влажность – от 30 % до 80 %.

**8.5.8** Электропитание установки осуществляется от 3-х фазной сети переменного тока напряжением 400 В, частотой 50 Гц.

**8.5.9** Размеры образцов исследуемых пород:

- диаметр – от 70 до 80 мм;
- длина – от 70 до 250 мм. Длина образца не должна быть меньше его диаметра.

**8.5.10** Рабочая среда, используемая для создания давления в гидравлической системе установки:

- масло индустриальное И20А ГОСТ 20799;
- газ – азот газообразный технический по ГОСТ 9293 или сжатый воздух по ГОСТ 949;
- максимальное рабочее давление, имитирующее пластовое – 30 МПа;
- рабочий (градуированный) объем цилиндра измерительного пресса – 200 см<sup>3</sup>;
- общий объем поршневого разделителя (контейнера) – 800 см<sup>3</sup>;
- диапазон регулирования расхода через образец от 0,0001 до 1 см<sup>3</sup>/сек.

## **8.6 Подготовка к выполнению измерений**

**8.6.1** Для измерений используют образцы горной породы и нефть с одной и той же скважины. В случае несовпадения используют аналогичную по составу и свойствам нефть или готовят ее модель.

**8.6.1.1** Пластовую нефть в количестве, необходимом для проведения определений и приготовления ее модели, в вытяжном шкафу нагревают на водяной бане до температуры на 20 °С превышающей пластовую. При этой температуре нефть в условиях периодического перемешивания выдерживают в течение от 2 до 3 часов и охлаждают до температуры окружающей среды.

**8.6.1.2** Модель нефти готовят из безводной дегазированной нефти, вязкость которой доводят до вязкости пластовой нефти добавлением растворителя, количество которого подбирают экспериментально (оно не должно превышать 30 % объема смеси). В качестве растворителя используют петролейный эфир, бензин или керосин, очищенный от асфальто-смолистых соединений двух-, трехкратной фильтрацией его через силикагель марки АСК или КСКГ в адсорбционных колоннах или делительных воронках, заполненных на 2/3 объема силикагелем. Модель нефти хранят в герметичных светонепроницаемых сосудах при комнатной температуре.

**8.6.1.3** Исходные параметры нефти, керосина и модели (плотность –  $\rho$ , г/см<sup>3</sup>; вязкость кинематическая –  $\nu$ , мм<sup>2</sup>/с; вязкость динамическая –  $\mu$ , мПа·с;  $a$  – кратность разбавления

нефти при приготовлении ее модели) при температуре 20 °С, а для асфальто-смолистых и парафинистых нефтей и при 50 °С, регистрируют в рабочем журнале.

**8.6.2** Перед насыщением образца нефтью или ее моделью, необходимо в нем создать остаточную водонасыщенность. Содержание остаточной воды в образце должно соответствовать ее количеству, определенному методом сушки. Для создания остаточной водонасыщенности используют пластовую воду либо ее модель, которую готовят согласно пп. 9.6.5, 9.6.6. Насыщение образца проводят в соответствии с пп.7.5.2, 7.5.4.

**8.6.3** Установку для измерения коэффициента нефтевытеснения готовят к проведению испытаний следующим образом:

**8.6.3.1** Проводят продувку коммуникаций гидравлической системы струей газа (азот, воздух), поступающего из баллона через редуктор, вентиль и осушитель газа. Давление при продувке должно быть не более 0,5 МПа.

**8.6.3.2** Заполняют гидравлическую систему рабочей жидкостью (масло) и флюидами для вытеснения (пластовая вода).

**8.6.3.3** Производят опрессовку системы гидрообжима при максимальном давлении 30 МПа (поднимают постепенно) и системы фильтрации при давлении 30 МПа в течение 30 минут. Если за это время давление не снижается, установку считают опрессованной. В случае снижения давления устанавливают места утечек и устраняют их, предварительно сбросив давление. После опрессовки установки давление снижают до атмосферного.

**8.6.3.4** Промывают кернодержатели в растворителе, освобождая все его детали от следов масла и частиц кернавого материала.

**8.6.3.5** Обезжиривают резиновую манжету ацетоном.

## 8.7 Выполнение измерений

**8.7.1** Насыщенный моделью образец 30 помещают в резиновую манжету с перфорированной стальной втулкой и монтируют на кернодержателях 28,31 в соответствии с рисунком 7.3 в камере высокого давления, где создают всесторонний обжим (приближенный к горному давлению) и пластовую температуру.

**8.7.2** Флюид для вытеснения (вода пластовая или другой) из напорной емкости 40 посредством газовой схемы под давлением подают в поршневой разделитель 9.

**8.7.3** Манипуляцией вентилями на манифольдах 5, 39 вытесняющий агент подают в масляный теплообменник 14, снабженный нагревателем 13, где он нагревается до температуры вытеснения. Температуру вытесняющей воды необходимо поддерживать, исходя из физико-химических характеристик нефти. При высоком содержании парафинов температура рабочего раствора должна превышать температуру плавления парафинов. Далее вытесняющий агент подается через теплоизоляционную трубку высокого давления в образец, насыщенный моделью нефти. Для образцов со сложной структурой порового пространства линейную скорость вытеснения подбирают примерно в соответствии с проницаемостью. Она составляет:

при  $K_{np}$  менее  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup> – 1-5 м/сут.,

$K_{np}$  более  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup> – 0,1-1 м/сут.

Чем выше проницаемость, тем меньше скорость, необходимая для определения коэффициента вытеснения. Регулирование линейной скорости плунжера осуществляется редуктором 1 и измерительными прессами 2 в пределах от  $10^{-3}$  до 1 мм/с, что соответствует расходу через образец от  $10^{-3}$  до 1 см<sup>3</sup>/с.

**8.7.4** Нагнетание вытесняющей воды необходимо проводить непрерывно до полного обводнения выходящей нефти, но не менее от 3 до 5 объемов пустотного пространства образца. В заключительной стадии каждого испытания (при смене вытесняющих растворов или в конце опыта) воду через образец требуется прокачать в количестве двух объемов пустотного пространства при скорости в 10 раз превышающей скорость, выбранную для вытеснения.

## ТКП 17.04-42-2012

**8.7.5** Определение количества вытесненной нефти проводят с использованием колориметра фотоэлектрического концентрационного или спектрофотометра.

**8.7.5.1** Проверяют правильность установки лампы осветителя колориметра, для чего в выходное окно кюветного отделения вставляют юстированную пробку. Винтами подвижки узла крепления лампы добиваются, чтобы в плоскости пробки было круглое световое пятно.

**8.7.5.2** Колориметр включают в сеть за 15 минут до начала измерений. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка перед фотоприемником перекрывает световой поток).

**8.7.5.3** Устанавливают минимальную чувствительность колориметра. Для этого ручку "чувствительность" устанавливают в положение "1", ручку "установка 100 грубо" - в крайнее левое положение.

**8.7.5.4** Перед измерением и при переключении фотоприемников проверяют установку стрелки колориметра на "0" по шкале коэффициентов пропускания "Т" при открытом кюветном отделении. При смещении стрелки от нулевого положения, ее подводят к нулю с помощью потенциометра "нуль", выведенного под шлиц.

**8.7.6** Проводят выбор светофильтра, для работы с моделью нефти и раствором после экстрагирования образцов, для этого:

**8.7.6.1** Наливают исследуемый раствор модели нефти в растворителе в кювету (о выборе размера кюветы см. п. 8.7.7.) и определяют оптическую плотность для всех светофильтров. Перед измерением проводят многократные разбавления модели нефти до тех пор, пока станет возможным замер оптической плотности. Кратность разбавлений учитывают при дальнейшей работе.

а) В световой пучок помещают кювету с растворителем (керосин, толуол), по отношению к которому проводят измерения.

б) Закрывают крышку кюветного отделения.

в) Ручками "чувствительность" и "установка 100 грубо" и "точно" устанавливают отсчет 100 по шкале колориметра. Ручка "чувствительность" может находиться в одном из трех положений: "1", "2", "3".

г) Поворотом ручки перестановки кювет кювету с растворителем заменяют кюветой с исследуемым раствором.

д) Снимают отсчет по шкале Т колориметра, соответствующий коэффициенту пропускания исследуемого раствора в процентах или по шкале Д в единицах оптической плотности. Оптическую плотность определяют по формуле:

$$D = 2 - \lg T \quad (8.1)$$

е) Измерения проводят от 3 до 5 раз и окончательное значение измеренной величины определяют как среднее арифметическое из полученных значений.

**8.7.6.2** По полученным данным строят кривую, откладывая по горизонтальной оси длины волн, соответствующие максимуму коэффициента пропускания светофильтров, указанных в описании колориметра, а по вертикальной оси – соответствующие значения оптической плотности раствора.

**Таблица 8.1 – Светофильтры колориметра**

Маркировка на диске	Маркировка светофильтра	Длина волны, соответствующая максимуму пропускания, нм	Ширина полосы пропускания, нм
1	315	$315 \pm 5$	$35 \pm 15$
2	364	$364 \pm 5$	$25 \pm 10$
3	400	$400 \pm 5$	$45 \pm 10$
4	440	$440 \pm 10$	$40 \pm 10$

5	490	$490 \pm 10$	$35 \pm 10$
6	540	$540 \pm 10$	$25 \pm 10$
7	590	$590 \pm 10$	$30 \pm 10$
8	670	$670 \pm 5$	$20 \pm 5$
9	750	$750 \pm 5$	$20 \pm 5$
10	870	$870 \pm 5$	$25 \pm 5$
11	980	$980 \pm 5$	$25 \pm 5$

**8.7.6.3** Отмечают участок кривой, для которого выполняются условия:

- оптическая плотность имеет максимальную величину;
- ход кривой примерно параллелен горизонтальной оси, т.е. оптическая плотность мало зависит от длины волн.

**8.7.6.4** Светофильтр для работы выбирают так, чтобы длина волны, соответствующая максимуму коэффициента пропускания светофильтра, приходилась на отмеченный участок спектральной кривой испытуемого раствора. В случае, если эти условия выполняются для нескольких светофильтров, выбирают тот из них, для которого чувствительность колориметра выше. Обычно для работ с нефтью используют светофильтры с маркировкой 540, 490, реже 364.

**8.7.7** Выбирают кювету:

**8.7.7.1** Предварительный выбор кювет проводят визуально, соответственно интенсивности окраски раствора. Если раствор темный, пользуются кюветами с малой рабочей длиной. В случае слабо окрашенных растворов работают с кюветами с большой рабочей длиной.

**Таблица 8.2 – Кюветы колориметра**

Рабочая длина кюветы, мм	50	30	20	10	5
Объем, мл	20	14	9	5	2,3

**Таблица 8.3 – Микрокюветы**

Рабочая длина кюветы, мм	10	5	3	2
Объем, мл	0,40	0,20	0,12	0,08

**8.7.7.2** В предварительно подобранную кювету наливают предварительно разбавленный раствор (кратность разбавления соответствует п. 8.7.6.1) и измеряют его оптическую плотность, вводя в ход лучей соответствующий для данного раствора светофильтр.

**8.7.7.3** Если полученное значение плотности составляет примерно от 0,3 до 0,5 – выбирают данную кювету для работы с этим раствором. При значении оптической плотности 0,4 ошибка определения концентрации раствора достигает минимума. В том случае, когда это условие не выполняется, проверяют другую кювету. Обычно при работе с нефтью используют кюветы рабочей длиной 3 и 5 мм.

**8.7.7.4** Строят градуировочную кривую для данного вещества:

- модель: нефть-керосин;
- толуол – модель нефти.

а) Готовят ряд растворов данного вещества с известными концентрациями, охватывающими область возможных изменений концентраций этого вещества в исследуемом растворе. Для модели: нефть-керосин перед измерениями делают многократные разбавления керосином.

б) Измеряют оптические плотности всех растворов и строят градуировочные кривые, откладывая по горизонтальной оси известные концентрации, а по вертикальной – соответствующие им значения оптической плотности. Все измерения оптической

## ТКП 17.04-42-2012

плотности при работе с исследуемыми растворами и построении градуировочных кривых проводят при 20 °С.

**8.7.8** После проведения вытеснения нефти водой из образца, насыщенного моделью нефти, готовят вытесненную модель нефти к определению в ней концентрации нефти.

**8.7.8.1** Собирают в сухой мерный цилиндр 27 вытесненную на установке УИПК из образца модель нефти.

**8.7.8.2** Отсасывающей пипеткой удаляют из цилиндра воду. Остатки воды на стенках цилиндра осторожно удаляют промоканием фильтровальной бумагой.

**8.7.8.3.** Цилиндр с моделью нефти взвешивают ( $P_2$ ).

**8.7.8.4** Определяют массу модели в цилиндре ( $P_2 - P_1$ )=P

**8.7.8.5** Ведут разбавление модели нефти в цилиндре откакумированным керосином с расчетом, чтобы концентрация полученного раствора вошла в интервал концентраций калибровочной кривой. При этом учитывают степень разбавления нефти при приготовлении ее модели.

**8.7.8.6** Измеряют плотность приготовленного по п. 8.7.8.5 раствора ( $\rho_1$ ) модели нефти в керосине и его объем ( $V_1$ ) при температуре 20 °С.

**8.7.9** Измеряют концентрацию нефти в ее модели после проведения нефтewытеснения.

**8.7.9.1** В ту же кювету, для которой построена градуировочная кривая, наливают приготовленный для исследований по п. 8.7.8.5 раствор модели нефти в керосине. Включают светофильтр, подобранный в соответствии с п. 8.7.6.

**8.7.9.2** Определяют оптическую плотность раствора, при этом измерения проводят от 3 до 5 раз и за окончательное принимают среднее арифметическое из полученных результатов.

**8.7.9.3** По градуировочной кривой находят концентрацию ( $X_1$ ), соответствующую измеренному значению оптической плотности.

**8.7.10** Проводят экстрагирование образца керна, для которого было проведено нефтewытеснение, и отбирают пробу из экстрактора для определения в ней концентрации нефти. Замеряют объем раствора модели нефти в растворителе в экстракторе по завершении процесса экстрагирования ( $V_2$ ) и его плотность ( $\rho_2$ ) при температуре 20 °С.

**8.7.11** Измеряют концентрацию нефти в растворителе после экстрагирования.

**8.7.11.1** В ту же кювету, для которой построена градуировочная кривая, наливают исследуемый раствор модели нефти в растворителе. Включают светофильтр, подобранный в соответствии с п. 8.7.6. В случае если концентрация полученного раствора не входит в калибровочную кривую, проводят его разбавления. Степень разбавления (K) учитывают при расчете массы, оставшейся в образце нефти.

**8.7.11.2** Определяют оптическую плотность раствора, при этом измерения проводят от 3 до 5 раз и за окончательное принимают среднее арифметическое из полученных результатов.

**8.7.11.3** По градуировочной кривой находят концентрацию ( $X_2$ ), соответствующую измеренному значению оптической плотности.

### 8.8 Обработка результатов измерения

**8.8.1** Обработку результатов измерения коэффициента вытеснения нефти водой выполняют следующим способом:

**8.8.1.1** По результатам определения концентрации нефти в растворе ее модели в керосине  $X_1$  рассчитывают массу вытесненной из образца нефти  $m_1$  (г) по формуле:

$$m_1 = \frac{X_1 \cdot V_1 \cdot \rho_1}{100} \quad (8.2)$$

**8.8.1.2** В случае проведения дробных разбавлений расчет ведут по формуле:

$$m_1 = \frac{X_1 \cdot P/a \cdot (b \cdot a)}{100} = \frac{X_1 \cdot P \cdot b}{100} \quad (8.3)$$

где  $a$  - кратность разбавления нефти при приготовлении ее модели;

$b$  - кратность разбавления модели нефти перед измерением ее концентрации по п.8.7.8.5.

**8.8.1.3** Рассчитывают массу вытесненной из образца модели нефти  $M_1$  (г) по формуле:

$$M_1 = m_1 \cdot a \quad (8.4)$$

**8.8.1.4** Рассчитывают массу  $m_2$  (г) нефти в растворителе после экстрагирования по формуле:

$$m_2 = \frac{X_2 \cdot V_2 \cdot \rho_2}{100} \quad (8.5)$$

В случае, если при определении концентрации было проведено разбавление, расчет ведут по формуле:

$$m_2 = \frac{X_2 \cdot K \cdot V_2 \cdot \rho_2}{100} \quad (8.6)$$

**8.8.1.5** Рассчитывают массу  $M_2$  (г) модели нефти в растворителе после экстрагирования по формуле:

$$M_2 = m_2 \cdot a \quad (8.7)$$

**8.8.1.6** Рассчитывают массу  $M_3$  (г) модели нефти вытесненной и оставшейся в образце после определения коэффициента вытеснения нефти водой:

$$M_3 = M_1 + M_2 \quad (8.8)$$

**8.8.1.8** Рассчитывают потери модели нефти в подводящих трубках, торцах кернодержателя, манжете по формуле:

$$\Pi = A - M_3 \quad (8.9)$$

где  $A$  - масса модели нефти в насыщенном образце, г

$$A = (E - V_{\text{ост.в}}) \cdot \rho \quad (8.10)$$

где  $E$  - емкость пор образца,  $\text{см}^3$ ;

$V_{\text{ост.в}}$  - объем остаточной воды в образце,  $\text{см}^3$ ;

$\rho$  - плотность модели нефти при температуре  $20^\circ\text{C}$ ,  $\text{г}/\text{см}^3$ .

**8.8.1.9** Рассчитывают действительную массу вытесненной из образца модели нефти  $M$  (г) по формуле:

$$M = M_1 + \Pi \quad (8.11)$$

или

$$M = A - M_2 \quad (8.12)$$

Расхождения между величинами  $M$  не должны превышать  $\pm 5\%$  в относительном выражении.

**8.8.1.10** Рассчитывают объем вытесненной нефти,  $\text{см}^3$ :

$$V_{\text{выт}} = M/\rho \quad (8.13)$$

**8.8.11** Расчет коэффициента вытеснения нефти водой проводят по формуле:

$$\beta_{\text{в}} = (V_{\text{выт}}/V_{\text{н}}) \cdot 100 \quad (8.14)$$

где  $\beta_{\text{в}}$  - коэффициент вытеснения нефти водой, %



## ТКП 17.04-42-2012

$V_n$  – объем нефти, первоначально содержащейся в образце, определяемый по разности емкости пор и объема остаточной воды, см

### 8.9 Оформление результатов измерения

**8.9.1** Результаты измерений оформляют записью в журнале по форме, приведенной в таблице В.1 (Приложение В).

### 9 Определение остаточной водонасыщенности методом сушки

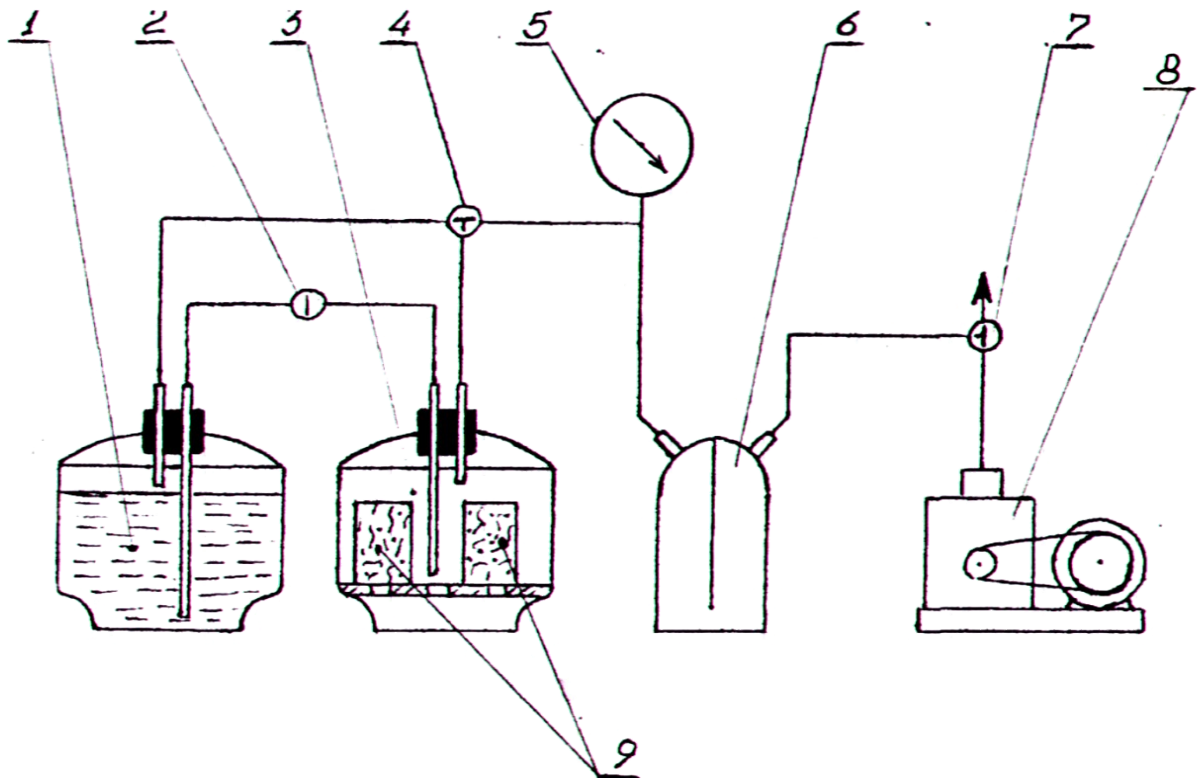
Определение остаточной водонасыщенности выполняется на образцах малого размера в диапазоне содержания связанной воды от 2 % до 70 %. Погрешность результатов определений не превышает  $\pm 1\%$  с доверительной вероятностью  $P=0,95$ . Определение остаточной водонасыщенности не распространяется на рыхлые горные породы (рыхлые известняки, туфы, песок, глина).

#### 9.1 Средства измерений, материалы, реактивы

**9.1.1** При определении остаточной водонасыщенности применяют следующие устройства, материалы и реактивы:

- устройство для насыщения образцов по ГОСТ 26450.1 показано на рисунке 9.1;
- шкаф сушильный термостатируемый с рабочей температурой  $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ ;
- весы лабораторные 2-го класса с погрешностью  $\pm 0,0005$  г при взвешивании до 50 г по ГОСТ 24104;
- ареометр АОН-1 по ГОСТ 18481 с ценой деления  $1 \text{ кг/м}^3$  и погрешностью  $1 \text{ кг/м}^3$  ( $0,001 \text{ г/см}^3$ );
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, чда;
- колба мерная стеклянная по ГОСТ 1770 вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  2 класса точности;
- бюксы стеклянные по ГОСТ 25336;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- силикагель по ГОСТ 3956 или хлористый кальций по ГОСТ 4161;
- термометр по ГОСТ 28498;
- барометр-анероид по ГОСТ 6359.

**9.1.2** Допускается применение иных устройств, материалов и реактивов по точностным характеристикам не уступающих указанным в 9.1.1.



1 – сосуд с насыщающей жидкостью; 2 – запорный кран; 3 – емкость для насыщения кернов; 4 – трехходовой кран; 5 – вакуумметр; 6 – ловушка; 7 – запорный кран насоса и заполнения системы атмосферным воздухом; 8 – вакуумный насос; 9 – керны

**Рисунок 9.1 – Устройство для насыщения образцов керна**

## 9.2 Метод выполнения измерений

**9.2.1** Выполнение измерений остаточной водонасыщенности заключается в измерении скорости испарения жидкости из насыщенного образца до тех пор, пока эта скорость в течение некоторого промежутка времени станет постоянной. По результатам взвешивания образцов в процессе сушки строятся кривые, на которых выделяют критическую точку, отвечающую условной границе между свободной и связанной водой. За критическую принимают точку пересечения кривой с биссектрисой угла, образованного касательными к начальному и конечному участку кривой. Для критической точки рассчитывают коэффициент остаточной водонасыщенности, равный отношению оставшейся в образце воды к объему пор образца.

**9.2.2** Условия окружающей среды контролируются термометром с ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498 и барометром-анероидом по ГОСТ 6359.

## 9.3 Правила безопасности

**9.3.1** Работы по шлифовке (обточке) горных пород, содержащих растворимые в воде соли, должны проводиться в резиновых перчатках.

**9.3.2** Сосуды, предназначенные для работы в вакууме, должны быть предварительно испытаны под предохранительными колпаками при помощи вакуумного насоса.

**9.3.3** Просушка керна материала в нагретых сушильных шкафах должна осуществляться под специальным надзором.

**9.3.4** Корпуса лабораторных приборов и установок должны быть заземлены.

## ТКП 17.04-42-2012

**9.3.5** Запрещается эксплуатация неисправных лабораторных и нагревательных приборов.

**9.3.6** Все электронагревательные приборы должны быть установлены на термоизолирующем материале.

### 9.4 Требования к квалификации исполнителей

**9.4.1** К проведению работ по выполнению измерений остаточной водонасыщенности допускаются специалисты с высшим или средним специальным образованием, а также лица с общим средним образованием, прошедшие специальную подготовку, без предъявления требований к стажу работы.

### 9.5 Условия измерений

**9.5.1** При выполнении измерений соблюдаются условия, приведенные в таблице 9.1.

Таблица 9.1 – Условия измерений

Наименование влияющие величины	Номинальное значение	Предельное отклонение
Температура окружающей среды	20 °С	± 2 °С
Температура сушки образцов	105 °С	± 2 °С
Напряжение в электрической цепи	230 В	± 23 В
Разрежение в вакуум-эксикаторе установки по ГОСТ 26450.1	2,0·10 <sup>-4</sup> МПа	-
Относительная влажность воздуха	50 %	± 5 %

### 9.6 Подготовка к выполнению измерений

**9.6.1** Образцы породы подготавливают для определений в соответствии с ГОСТ 26450.0 и разделом 6.

**9.6.2** Путем отпиливания и обточки готовят образцы массой от 20 до 50 г, на которые наносят идентификационный номер черной тушью или карандашом. Из каждого керна готовят по три образца – фрагмента. Допускается использование образцов массой не менее 10 г.

**9.6.3** Образцы сушат в сушильном шкафу до абсолютно сухого веса при температуре (105±2) °С, затем охлаждают образцы в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием или высокодисперсным силикагелем до температуры (20±2) °С.

**9.6.4** Образцы насыщают пластовой водой или ее моделью в установке по ГОСТ 26450.1. Режим насыщения устанавливают в зависимости от класса коллектора в соответствии с таблицей 9.2.

Таблица 9.2 – Режимы насыщения образцов керна

Класс коллектора	Проницаемость, мкм <sup>2</sup> (1 Дарси)	Время насыщения В часах			
		раздельное вакуумирование	капиллярная пропитка	насыщение под вакуумом	донасыщение при атмосферном

					давлении
I	более 1				
II	от 0,1 до 1	2	1	1	24
III	от 0,01 до 0,1				
IV	от 0,001 до 0,01				
V	менее 0,001	2,5	1,5	1,5	24

**9.6.5** Модель пластовой воды готовят в соответствии с ее минерализацией, которая должна быть известна по данным лабораторных исследований. Для этого натрий хлористый растворяют в дистиллированной воде в количестве, равном в численном выражении степени минерализации. Так, при минерализации пластовой воды 3% для приготовления ее модели следует 3г NaCl растворить в 100 г раствора. Замерив плотность такого раствора, можно рассчитать количество соли, необходимой для приготовления требуемого объема модели

$$X = \frac{m \cdot \rho \cdot V \cdot 1000}{100} \quad (9.1)$$

где  $m$  – минерализация пластовой воды, %

$X$  – необходимое количество NaCl, г;

$V$  – требуемый объем модели пластовой воды, см<sup>3</sup>;

1000 – пересчет на литры;

$\rho$  – плотность модели пластовой воды при температуре 20 °С, г/см<sup>3</sup>.

**9.6.6** При подготовке модели пластовой воды необходимо учитывать происходящий в результате испарения процесс конденсации, при котором происходит увеличение концентрации модели пластовой воды. Требуемую концентрацию для насыщения образцов выбирают исходя из вероятного содержания остаточной воды в коллекторах различного класса. Исходную пластовую воду или ее модель разбавляют в соответствии с рекомендациями, представленными в таблице 9.3 и определяют ее плотность.

**Таблица 9.3 – Кратность разбавления пластовой воды**

Проницаемость мкм <sup>2</sup> (или 1 Дарси)	Класс коллектора	Вероятное содержание остаточной воды, %	Рекомендуемая кратность разбавления пластовой воды или ее модели, раз
более 1	I	10	10
		20	5
от 0,1 до 1	II	20	5
от 0,01 до 0,1	III	25	4
от 0,001 до 0,01	IV	от 30 до 40	от 3,5 до 3
менее 0,001	V	50 и более	2

## 9.7 Выполнение измерений

**9.7.1** Насыщенные образцы извлекают из емкости для насыщения, слегка обтирают фильтровальной бумагой, помещают в бюксы, взвешивают (при закрытых крышках бюксов).

**9.7.2** Образцы помещают в сушильный шкаф при открытых крышках бюксов и сушат до постоянного веса. Температура сушки составляет  $(105 \pm 2)$  °С на протяжении всего процесса.

**9.7.3** Взвешивание образцов первые 30 мин сушки производят через 5 мин, в следующие от 2 до 3 часов взвешивания проводят через 10 мин, далее до конца сушки – через 20 мин до абсолютно сухого веса, последнее контрольное взвешивание – через 40 мин.

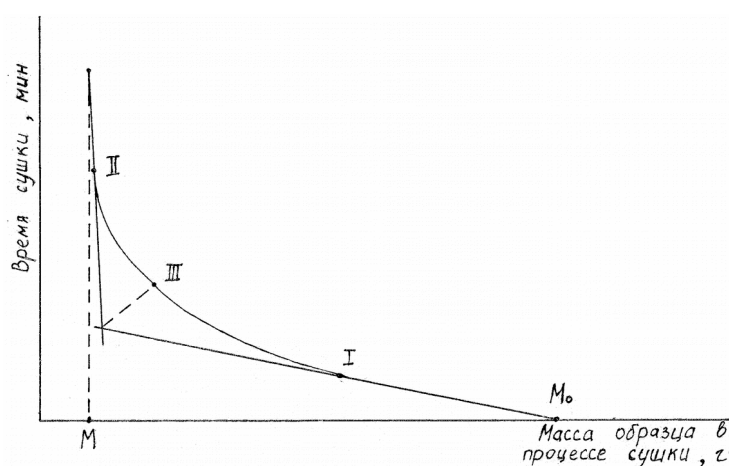
**9.7.4** Перед взвешиваниями бюксы с образцами извлекают из сушильного шкафа, закрывают крышки, дают остыть на воздухе в течение 10 мин и взвешивают. Затем снимают крышки с бюксов, помещают отдельно крышки и бюксы с образцами в сушильный шкаф и сушат в течение определенного времени. Бюксы извлекают из шкафа, закрывают крышки, охлаждают, взвешивают и так далее. Эти операции повторяют до тех пор, пока масса образца в бюксе не станет постоянной, т.е. до полного испарения воды. При этом разница между результатами двух последних взвешиваний не должна превышать погрешности весов.

## 9.8 Обработка результатов измерений

**9.8.1** По результатам периодических взвешиваний в процессе сушки строят графики зависимостей изменения массы образца от времени. По графикам выявляют критическую точку, соответствующую остаточному содержанию воды в образце.

**9.8.2** Типичная кривая сушки для однородных пористых образцов имеет вид, показанный на рисунке 9.2. Типичная кривая сушки характеризуется наличием начального строго прямолинейного участка, областью перегиба и конечным участком, который для небольших отрезков времени аппроксимируется прямой.

**9.8.2.1** Для выявления критической точки строят касательные к начальному и конечному участку кривой. Точка пересечения кривой с биссектрисой угла, образованного касательными, отвечает условной границе между свободной и связанной водой. Точка 3 на кривых сушки отвечает тому количеству воды в порах, которое не принимает участия в фильтрационном потоке при двухфазной фильтрации, протекающей под действием необходимых градиентов давления, и по физическому смыслу отвечает остаточному количеству воды.



1 – конечная точка первого прямолинейного участка; 2 – начальная точка второго прямолинейного участка; 3 – точка пересечения кривой с биссектрисой угла

**Рисунок 9.2 – Типичная кривая сушки**

**9.8.3** Рассчитывают коэффициент остаточной водонасыщенности по формуле

$$k_{o.в.} = \frac{V_{\epsilon}}{V_n} \cdot 100\% \quad (9.2)$$

где  $V_{\epsilon}$  – объем оставшейся воды в образце в момент времени, соответствующий точке 3;

$V_n$  – емкость пор образца, см<sup>3</sup>,

или по результатам измерений:

$$k_{o.в.} = \frac{M_3 - M}{M_0 - M} \cdot 100\% \quad (9.3)$$

где  $M_0$  – масса насыщенного моделью образца, г;

$M$  – масса абсолютно сухого образца, измеренная по окончании процесса сушки, г;

$M_3$  – масса образца в момент времени, соответствующий точке 3.

**9.8.4** Для каждого керна ведут определения по трем образцам. За окончательный результат принимают среднее значение трех определений, расхождения между которыми для однородных пород не превышают:  $\pm 0,020$  % абс. при содержании остаточной воды от 1 до 8 %;  $\pm 0,020$  % абс. при содержании остаточной воды от 8 до 15 %;  $\pm 0,132$  % абс. при содержании остаточной воды более 15 %.

**9.9** Результаты определения коэффициента остаточной водонасыщенности оформляют записью в журнале по форме, приведенной в таблице 9.5.

**Таблица 9.5 – Результаты определения остаточной водонасыщенности**

Дата	Скважина, номер	Образец, номер	Интервал отбора керна, м	Масса абсолютно сухого образца, г	Масса остаточной воды, г	Коеф. ост. водонасыщенности, %	Среднее значение $K_{o.в.}$ (из 3-х определений), %

## 10 Определение раздельной емкости каверн и пор

Определение раздельной емкости каверн и пор распространяется на горные породы имеющие пустоты разной формы и размера и заключается в определении плотностей минеральной, кавернозно-пористой и пористой части породы. Полная емкость пористой, кавернозной и кавернозно-пористой части пустотного пространства образца определяются расчетным путем из найденных величин плотностей по соответствующим формулам [3].

### 10.1 Оборудование, инструменты и реактивы

**10.1.1** Для насыщения образцов применяют устройство для насыщения образцов по ГОСТ 26450.1 (рисунок 9.1). Допускается использовать другое аналогичное оборудование, которое соответствует указанному по техническим характеристикам и обеспечивает необходимую точность измерений.

**10.1.2** Установка для измельчения породы – диспергатор.

**10.1.3** Весы лабораторные 2 класса точности по ГОСТ 24104.

**10.1.4** Весы лабораторные 3 класса точности по ГОСТ 24104.

**10.1.5** Шкаф сушильный термостатируемый, с рабочей температурой  $(105 \pm 2)$  °С по ГОСТ 12.2.091.

## ТКП 17.04-42-2012

**10.1.6** Термостат или водяная баня для поддержания температуры 20 °С. В качестве водяной бани можно использовать стакан любого исполнения вместимостью не менее 1 дм<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

**10.1.7** Термометры ртутные стеклянные с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

**10.1.8** Пикнометры лабораторные стеклянные емкостью до 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

**10.1.9** Цилиндр для измерения плотности по ГОСТ 25336.

**10.1.10** Эксикатор типа Э ГОСТ 25336.

**10.1.11** Кристаллизатор по ГОСТ 25336.

**10.1.12** Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.

**10.1.13** Керосин технический по ГОСТ 18499 или керосин осветительный по ГОСТ 4753.

**10.1.14** Силикагель по ГОСТ 3956.

**10.1.15** Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

**10.1.16** Скотч – клейкая непрозрачная лента шириной от 4,5 см до 5 см и плотностью от 0,96 до 1,00 г/см<sup>3</sup>.

**10.1.17** Клей БФ-6 по ГОСТ 12172.

**10.1.18** Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

### 10.2 Метод определения измерений

**10.2.1** Коэффициент полной емкости каверн и пор образца определяют из выражения

$$m_{kn} = 1 - \frac{\rho_{kn}}{\rho_m}, \quad (10.1)$$

где  $\rho_{kn}$  – плотность кавернозно-пористой части;

$\rho_m$  – плотность минеральной части образца.

**10.2.2** Коэффициент полной кавернозности кавернозно-пористого образца описывают выражением

$$m_k = 1 - \frac{\rho_{kn}}{\rho_n}, \quad (10.2)$$

где  $\rho_n$  – плотность пористой части образца.

**10.2.3** Коэффициент полной пористости определяют как разность

$$m_n = m_{kn} - m_k \quad (10.3)$$

**10.2.4** Совместное и раздельное определение коэффициентов пористости и кавернозности пород-коллекторов сводится к практическому использованию предоставленных формул, т.е. к нахождению  $\rho_{kn}$ ,  $\rho_n$ ,  $\rho_m$ .

### 10.3 Требования безопасности

**10.3.1** Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости (керосин) должны храниться в толстостенной стеклянной таре с притертыми пробками. Эта тара в свою очередь должна быть помещена в специальные металлические ящики с плотно закрывающейся крышкой, стенки которых должны быть выложены асбестом.

**10.3.2** Количество керосина в лаборатории не должно превышать потребностей одной смены работников.

**10.3.3** Запрещается выливать горючие жидкости в канализацию. Оработанные горючие жидкости должны собираться в специальную герметически закрывающуюся тару, которая должна быть удалена в конце рабочего дня из лаборатории для утилизации.

**10.3.4** Запрещается хранить горючие жидкости в полиэтиленовой, а также тонкостенной посуде объемом более 200 мл.

**10.3.5** Подготовку горных сколов (шлифов), дробление производится только в защитных очках.

**10.3.6** Сосуды, предназначенные для работы в вакууме, должны быть предварительно испытаны под предохранительными колпаками при помощи вакуумного насоса.

**10.3.7** Запрещается оставлять керновый материал для просушки в нагретых сушильных шкафах без специального надзора.

**10.3.8** Корпуса всех приборов должны быть заземлены.

**10.3.9** Оставлять электроприборы после окончания работы под напряжением категорически запрещается.

**10.3.10** В случаях возникновения пожара в лаборатории должна быть отключена вентиляция, вызвана пожарная команда, приняты меры к тушению огня собственными средствами. Применение воды для тушения горящих веществ, не смешивающихся с водой (бензин, керосин, бензол, масла), не разрешается.

#### 10.4 Требования к квалификации исполнителей

**10.4.1** К работам по определению раздельной емкости допускаются специалисты с высшим или средним специальным образованием без предъявления требований к стажу работы, а также лица с общим средним образованием, прошедшие специальную подготовку.

**10.4.2** Исполнитель должен знать руководящие, нормативные и справочные материалы по тематике работы; методы проведения анализов; действующие стандарты на выполнение измерений; лабораторное оборудование и правила его эксплуатации; методы и средства выполнения расчетов; правила и нормы охраны труда; техники безопасности, противопожарной защиты и производственной санитарии.

#### 10.5 Условия измерений

**10.5.1** При выполнении измерений выполняются условия, приведенные в таблице 10.1.

**Таблица 10.1 – Таблица рекомендуемых условий измерений**

Температура в градусах

Порядковый номер и наименование измеряемой физической величины	Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельное отклонение
Плотность кавернозно-пористой части образца	Температура окружающей среды	от 15 до 25	$\pm 1$
	Температура сушки образцов	105	$\pm 2$
	Температура дистиллированной воды, в которой производят гидростатическое взвешивание	от 15 до 25	$\pm 0,5$
Плотность минеральной части образца	Температура окружающей среды	от 15 до 25	$\pm 1$
	Температура дистиллированной воды и керосина при взвешивании	не менее 15	$\pm 0,5$
	Температура сушки образцов	105	$\pm 2$



	Величина разрежения при вакуумировании образцов	$2,0 \cdot 10^{-4}$ МПа	-
Плотность пористой части образца	Температура сушки образцов	105	$\pm 2$
	Температура окружающей среды	от 15 до 25	$\pm 1$
	Температура жидкости насыщения при взвешивании гидростатически и измерении плотности	не менее 15	$\pm 0,5$
	Разрежение в вакуумном шкафу при насыщении образцов	$2,0 \cdot 10^{-4}$ МПа	-

**10.5.2** При измерении плотности пористой части образца необходимо соблюдать режимы насыщения в соответствии с таблицей 10.2.

**Таблицы 10.2 – Таблица рекомендуемых режимов насыщения образцов при определении плотности пористой части образца**

В часах

Проницаемость, мД ( $10^{-3}$ мкм <sup>2</sup> )	Тип породы	Масса образца, г	Время			
			Раздельное вакуумирование образцов и жидкости	Капиллярная пропитка под вакуумом	Вакуумирование образцов под слоем жидкости	Донасыщение при атмосферном давлении
более 10 от 1 до 10	Однородные, мелко-кавернозно-пористые с полыми кавернами	от 20 до 60	1,5	1,0	1,0	24
			2,0	1,0	2,0	24
2,0	1,0		2,0	48		
3,0	1,0		2,0	48		
от 0,1 до 1	Однородные, мелко-кавернозно-пористые с частично зацементированными кавернами					
менее 0,1	Однородные, плотные, трещиноватые, с зацементированными кавернами					

### 10.6 Подготовка к выполнению измерений

**10.6.1** Керновый материал подготавливают для определений в соответствии с ГОСТ 26450.0 и разделом 6.

**10.6.2** Для определения плотности кавернозно-пористой части  $\rho_{кп}$  используют образец массой от 800 до 1000 г с сохраненным при выбуривании диаметром, отэкстрагированный и высушенный при температуре  $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$  до постоянной массы –  $M_1$ . Взвешивание производят с погрешностью  $\pm 0,01$  г.

**10.6.2.1** В местах расположения крупных каверн образец покрывают кусочками скотча и затем в нахлестку весь образец покрывают скотчем. При этом тщательно следят за плотностью прилегания скотча во избежание образования зазоров-пустот. Образец покрывают скотчем в несколько слоев, перекрывая каждый раз края ленты.

**10.6.2.2** Для рыхлых пород абсолютно сухой образец перед покрытием скотчем тщательно обметают мягкой щеткой и покрывают тонким слоем клея БФ-6. При этом образец взвешивают до и после покрытия клеем в абсолютно сухом состоянии.

**10.6.3** С целью учета влияния закрытых пор при определении плотности минеральной части образец должен быть тщательно отэкстрагирован, дезинтегрирован

на частицы по возможности малых размеров и высушен до постоянной массы. Размеры частиц не должны быть менее 100 мкм – дальнейшее измельчение образца приводит к быстрому росту потерь частиц навески из-за флотации и трудностей при удалении пузырьков воздуха на стадии насыщения образца жидкостью.

**10.6.4** Для определения плотности пористой части образца используют тщательно отэкстрагированные образцы породы. Из кавернозно-пористого образца выпиливают несколько пластин толщиной от 3,5 до 5 мм и вытачивают фрагменты без каверн весом от 10 до 20 г. Для каждого образца исследуют по три фрагмента. В качестве жидкости насыщения используют керосин или дистиллированную воду для пород, устойчивых к набуханию.

## 10.7 Выполнение измерений

**10.7.1** Определение плотности кавернозно-пористого образца.

**10.7.1.1** Покрытый скотчем образец взвешивают на лабораторных весах 3 класса с точностью 0,01 г ( $M_2$ ).

**10.7.1.2** Взвешивают образец гидростатически:

- определяют массу образца с подвесом, погруженных в жидкость ( $M_3+a$ ). Для этого стакан с жидкостью помещают под весами на подъемный мостик. Образец помещают в подвес, который подвешивают к крючку под весами. Образец при этом должен быть погружен в стакан с жидкостью под уровень последней и не должен касаться стенок и дна стакана в момент взвешивания. Уровень жидкости в стакане в момент достижения равновесия должен быть приведен к одной и той же отметке для всех образцов, для исключения погрешности взвешивания подвеса;

- при погружении в жидкость, на подвесе или образце могут сохраниться пузырьки воздуха. Их можно удалить неоднократным погружением в воду или с помощью стеклянной палочки;

- взвешивание в жидкости образца повторяют неоднократно, до совпадения результатов в пределах точности измерений (0,01 г);

- при взвешивании в воде, важное значение имеет точное измерение ее температуры, по которой устанавливают плотность воды. С целью выравнивания температур воды и образца с температурой воздуха в помещении следует выдержать образец и сосуд с водой близ весов в течение от 25 до 30 минут. Рекомендуется также для термостатирования помещать стакан в другой сосуд с водой;

- следует учитывать, что при удалении крупного образца уровень жидкости в стакане заметно снижается. Для сохранения постоянного объема той части подвесной системы, которую погружают в жидкость, стакан приподнимают на подставке так, чтобы уровень жидкости в нем оказался на прежней высоте.

**10.7.1.3** По окончании гидростатического взвешивания образца измеряют массу подвеса в жидкости – а.

**10.7.1.4** Вынимают образец из воды, обтирают его фильтровальной бумагой, взвешивают ( $M_4$ ) и убеждаются, что вода не проникла в образец. Если разность  $M_4-M_2$  более 0,02 г, определение бракуют. Образец освобождают от скотча, сушат до постоянной массы, заново покрывают скотчем и повторяют операции по гидростатическому взвешиванию.

**10.7.1.5** Плотность скотча определяют методом обмера и взвешивания. Тщательно штангенциркулем измеряют внешний ( $d_1$ ) и внутренний ( $d_2$ ) диаметр бабины со скотчем и толщину картонной бабины ( $h$ ), на которую накручен скотч. Измеряют ширину скотча ( $b$ ). Взвешивают полный рулон скотча ( $P_1$ ) и пустую бабину после расходования всей ленты ( $P_2$ ). Плотность скотча определяют по формуле

$$\rho_{ск} = \frac{P_1 - P_2}{\pi \cdot b \left( \left( \frac{d_1}{2} \right)^2 - \left( \frac{d_2 + 2h}{2} \right)^2 \right)} \quad (10.4)$$

Плотность скотча определяют для каждой новой его партии, поступившей в лабораторию. Из каждой партии отбирают по три рулона клейкой ленты и ведут определения плотности. За окончательный принимают средний результат из трех определений.

**10.7.1.6** Формула для расчета плотности кавернозно-пористого образца:

$$\rho_{кп} = \frac{M_1 \cdot \rho_в \cdot \rho_{ск}}{(M_2 - M_3) \cdot \rho_{ск} - (M_2 - M_1) \cdot \rho_в}, \quad (10.5)$$

где  $\rho_в$  – плотность воды при температуре опыта, г/см<sup>3</sup>.

**10.7.2** Определение плотности минеральной части образца

**10.7.2.1** Пикнометрический способ измерения минералогической плотности с удалением воздуха кипячением рекомендуется для пород, не содержащих водорастворимых и разбухающих в воде компонентов. Для каждого образца породы проводят по три параллельных определения. За окончательный принимают средний результат. Способ определения заключается в следующем.

а) Навеску абсолютно сухой измельченной породы от 15 до 20 г засыпают в пикнометр (объемом до 50 см<sup>3</sup>). При ограниченном количестве исследуемой породы допускается использовать пикнометры объемом 25 см<sup>3</sup>, сократив навеску до 5 г. Пикнометр должен быть высушен, охлажден в эксикаторе и взвешен –  $M_0$ . Масса пикнометра с навеской –  $M_1$ . Все взвешивания производят с погрешностью  $\pm 0,0001$  г на электронных весах 2 класса точности.

б) Заливают пикнометр на половину объема дистиллированной водой, осторожно взбалтывают и кипятят на песчаной бане от 30 до 60 мин. Режим кипения выбирают таким образом, чтобы не допустить разбрызгивания суспензии.

в) Дают пикнометру остыть, доливают его свежеекипяченой дистиллированной водой (4/5 объема), термостатируют в водяной бане при температуре  $(20 \pm 0,2)$  °С, после чего доводят уровень до риски дистиллированной водой.

г) Тщательно протирают пикнометр фильтровальной бумагой снаружи и взвешивают –  $M_2$ .

д) Сливают содержимое, промывают пикнометр, заполняют его дистиллированной водой, термостатируют при температуре  $(20 \pm 0,2)$  °С, доводят уровень жидкости до риски и взвешивают –  $M_3$ . Последнюю операцию достаточно выполнять через каждые 10 определений.

е) Вычисляют минералогическую плотность (истинный удельный вес) по формуле:

$$\rho_{мн} = \frac{M_1 - M_0}{(M_3 - M_0) - (M_2 - M_1)} \quad (10.6)$$

**10.7.2.2** Пикнометрический способ измерения минералогической плотности с удалением воздуха вакуумированием. В этом способе в качестве жидкости может быть использована как вода, так и очищенный керосин известной плотности, определенной по стандартной методике, н-декан и др. Последовательность выполнения операций та же, что и в варианте, описанном выше. Удаление воздуха выполняют следующим образом.

а) После помещения навески в пикнометр и взвешивания, жидкость заливают в пикнометр так, чтобы уровень ее был выше на 1,5 см. Пикнометр и стакан с определенным объемом этой жидкости помещают в вакуумную установку для насыщения (рисунок 9.1).

б) После прекращения выделения пузырьков воздуха давление в установке приводят к атмосферному, доливают в пикнометр отвакуумированную жидкость и продолжают вакуумировать в течение 30 минут. Снимают вакуум, термостатируют пикнометр в водяной бане при температуре  $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ , доводят уровень жидкости в пикнометре до риски и взвешивают ( $M_3$ ). Температуру контролируют термометром с точностью  $0,1 ^\circ\text{C}$ .

**10.7.3** Способ определения плотности пористой части заключается в насыщении образцов, не содержащих каверн и трещин, жидкостью под вакуумом. Плотность пористой части образца определяется расчетным путем по результатам взвешивания. При выполнении определений плотности пористой части образца проводят следующие операции.

**10.7.3.1** Каждую пластину подготавливают в соответствии с п.10.6.4, сушат до постоянной массы –  $M_1$  при температуре  $(105 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$  и взвешивают с погрешностью  $\pm 0,0001$  г на весах 2 класса точности.

**10.7.3.2** Пластины насыщают и взвешивают гидростатически ( $M_2$ ) в соответствии с п.10.7.1.2 и п.10.7.1.3.

**10.7.3.3** Перед взвешиванием насыщенных пластин в воздухе удаление поверхностного слоя жидкости производят с помощью слегка смоченной в той же жидкости фильтровальной бумаги – до появления первых отчетливых признаков матовой поверхности. Масса насыщенной пластины в воздухе –  $M_3$ .

**10.7.3.4** Измеряют плотность жидкости насыщения ареометром –  $\rho_{ж}$ . Для этого измерительный цилиндр помещают в термостат с температурой  $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$  и выдерживают в нем от 35 до 40 минут.

**10.7.3.5** По данным взвешивания и плотности жидкости насыщения вычисляют плотность пористой части образца

$$\rho_n = \frac{M_1 \cdot \rho_{ж}}{M_3 - M_2} \quad (10.7)$$

**10.7.3.6** За результат измерения принимают максимальный из трех определений, поскольку более низкие значения объемной плотности свидетельствуют о наличии внутренних каверн в образце.

## 10.8 Обработка результатов измерений

**10.8.1** Коэффициент полной емкости каверн и пор определяют по формуле 10.1.

**10.8.2** Коэффициент полной кавернозности кавернозно-пористого образца вычисляют по формуле 10.2.

**10.8.3** Коэффициент полной емкости пор определяют по формуле 10.3.

## 10.9 Оформление результатов измерений

**10.9.1** Результаты измерений оформляют записью в журнале по формам, приведенным в таблицах 10.3-10.6.

**Таблица 10.3 - Результаты измерения плотности кавернозно-пористой части образца**

Дата определения	
Наименование и номер скважины	
Номер образца	
Масса а.с. образца, $M_1, \text{г}$	
Масса а.с. образца со скотчем, $M_2, \text{г}$	
Масса а.с. образца со скотчем в жидк. (с подвесом), $M_2, a, \text{г}$	
Масса подвеса в жидкости $a, \text{г}$	
Масса а.с. образца со скотчем в жидк. (без подвеса), $M_3, \text{г}$	
Плотность жидкости, $\rho_{\text{ж}}, \text{г/см}^3$	
$V_{\text{вн}} = \pi \cdot (d_1/2)^2 \cdot h, \text{см}^3$	
$V_{\text{внтр}} = \pi \cdot ((d_2+2 \cdot b)^2/2) \cdot h, \text{см}^3$	
Ширина скотча, $b, \text{см}$	
Толщина картонной бабины, $h, \text{см}$	
Вес полного рулона скотча $P_1, \text{г}$	
Вес пустой бабины $P_2, \text{г}$	
Вес скотча, $P_{\text{ск}} = P_1 - P_2, \text{г}$	
$V_{\text{ск}} = V_{\text{вн}} - V_{\text{внтр}}, \text{см}^3$	
$\rho_{\text{ск}} = P_{\text{ск}} / V_{\text{ск}}, \text{г/см}^3$	
Плотность кавернозно-пористой части $\rho_{\text{кп}}, \text{г/см}^3$	

Таблица 10.4 – Результаты измерения плотности минеральной части образца

Дата определения	
Наименование и номер скважины	
Интервал отбора керна,	
Номер образца	
Номер пикнометра	
$\rho_{\text{ж}}, \text{г/см}^3$ Удельный вес жидкости,	
Масса сухого пикнометра, $M_0, \text{г}$	
$M_1, \text{г}$ Масса пикнометра с навеской,	
Масса навески, $M = M_1 - M_0, \text{г}$	
Масса пикнометра с навеской и рабочей жидкостью, $M_2, \text{г}$	
Масса пикнометра с рабочей жидкостью, $M_3, \text{г}$	
Истинный удельный вес породы $\rho_{\text{ин}} = \rho_{\text{ж}} \cdot M / (M + M_3 - M_2), \text{г/см}^3$	
$\rho_{\text{ин}}, \text{г/см}^3$ Среднее значение истинного удельного веса породы,	

Таблица 10.5 – Результаты измерения плотности пористой части образца

Дата определения	
Наименование и номер скважины	
Номер образца	
Масса $M_1$ , г	Масса а.с. пластины в воздухе
Масса $M_2$ , г	Масса (гидростатическая) насыщенной пластины
Масса $M_3$ , г	Масса насыщенной пластины в воздухе
Масса подвеса в жидкости а, г	
Масса жидкости, вытесненной пластиной, $M_3 - M_2$ , г	
$\rho_{ж}$ , г/см <sup>3</sup>	Плотность жидкости,
$\rho_{ж} / (M_3 - M_2)$ , г/см <sup>3</sup>	Плотность пористой части образца, $\rho_{п} = M_1 \cdot \rho_{ж} / (M_3 - M_2)$
	из трех определений, $\rho_{п}$ , г/см <sup>3</sup> Максимальное значение

Таблица 10.6 – Результаты измерения коэффициента полной емкости каверн и пор, полной емкости каверн и полной емкости пор

Дата определения	
Наименование и номер скважины	
Номер образца	
Глубина отбора керна, м	
Плотность пористой части образца, $\rho_{п}$ , г/см <sup>3</sup>	
Плотность кавернозно-пористой части образца, $\rho_{кп}$ , г/см <sup>3</sup>	
Плотность минеральной части образца, $\rho_{мин}$ , г/см <sup>3</sup>	
$m_{кп} = (\rho_{кп} / \rho_{п}) \cdot 100$	Коэффициент полной емкости каверн и пор, %
$m_{к} = (1 - \rho_{кп} / \rho_{п}) \cdot 100$	Коэффициент полной емкости каверн, %
$m_{п} = m_{кп} - m_{к}$	Коэффициент полной емкости пор, %

## 11 Определение карбонатности породы

## ТКП 17.04-42-2012

Определение карбонатности породы распространяется на горные породы, имеющие в своем составе соли угольной кислоты (известняк  $\text{CaCO}_3$ , доломит  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ , сидерит  $\text{FeCO}_3$  и т.д.) и устанавливает методы определения качественного и количественного содержания карбонатов. Сущность определения заключается в предварительном установлении качественного состава карбонатной породы методом С.В. Тихомирова (окрашивания) и последующим определении суммарного содержания карбонатов химическим способом. Определение суммарного содержания карбонатов в породе обеспечивает выполнение определений с погрешностью, не превышающей  $\pm 0,6$  % абсолютных при доверительной вероятности  $P = 0,95$ , что в совокупности с определением карбонатных солей окрашиванием дает высокую точность определения типа породы в соответствии с общепринятой классификацией, представленной в таблице 11.1.

Таблица 11.1 – Общепринятая классификация

Название породы	Содержание (в процентах)		
	Кальцит	Доломит	Нерастворимый (глинистый) материал
1	2	3	4
Известняк чистый	100-90	0-5	0-5
Известняк доломитистый	95-70	5-25	0-5
Известняк доломитовый	75-45	75-50	0-5
Известняк слабо глинистый	95-85	0-5	5-10
Известняк доломитистый слабо глинистый	90-65	6-25	5-10
Известняк доломитовый слабо глинистый	70-40	25-48	5-10
Известняк глинистый	80-70	0-5	10-25
Известняк доломитистый глинистый	85-50	5-25	10-25
Известняк доломитовый глинистый	65-25	25-45	10-25
Известняк сильно глинистый (мергель)	75-45	0-5	25-52

Окончание таблицы 11.1

Известняк доломитистый сильно глинистый (мергель доломитисто-известковый)	70-25	5-25	25-50
Известняк доломитовый сильно глинистый (мергель доломитово-известковый)	50-25	25-38	25-50
Доломит чистый	0-5	100-90	0-5
Доломит известковистый	5-25	95-70	0-5
Доломит известковый	25-50	75-45	0-5
Доломит слабо глинистый	0-5	95-85	5-10
Доломит известковистый слабо глинистый	5-25	90-65	5-10
Доломит известковый слабо глинистый	25-48	70-40	5-10
Доломит глинистый	0-5	90-70	10-25
Доломит известковистый глинистый	5-25	85-50	10-25
Доломит известковый глинистый	25-45	65-40	10-25
Доломит сильно глинистый (мергель до-ломитовый)	0-5	75-45	25-50
Доломит известковистый сильно глинистый (мергель известково-доломитовый)	5-25	70-45	25-50
Доломит известковый сильно глинистый (мергель известково-доломитовый)	25-38	50-25	25-50
Глина чистая	0-5	0-5	100-95
Глина слабо известковистая	3-10	0-5	95-90
Глина известковистая	5-25	0-5	75-50
Глина известковая (мергель глинистый)	22-50	0-5	75-50
Глина доломитисто- известковистая	5-20	5-12	90-75
Глина доломитисто- известковая (мергель глинистый доломитистый)	12-45	5-25	75-50
Глина слабо доломитистая	0-5	3-10	95-90
Глина доломитистая	0-5	5-25	90-75
Глина доломитовая (мергель глинистый доломитистый)	0-5	20-50	75-50
Глина известковисто- доломитистая	5-12	5-20	90-75
Глина известково- доломитовая (мергель доломитистый)	5-25	12-45	75-50



## **ТКП 17.04-42-2012**

### **11.1 Оборудование и материалы**

#### **11.1.1 Приборы:**

- весы лабораторные 2 класса точности с погрешностью  $\pm 0,0005$  г при взвешивании до 50 г по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный термостатируемый с рабочей температурой  $(105 \pm 2)$  °С;
- установка для измельчения породы – диспергатор.

#### **11.1.2 Реактивы:**

- кислота соляная по ГОСТ 3118;
- метилфиолет (фиолетовые чернила) согласно [7];
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

#### **11.1.3 Средства измерений:**

- колбы мерные вместимостью 100, 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;
- цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

#### **11.1.4 Вспомогательное оборудование:**

- колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;
- стаканы химические вместимостью 200 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;
- воронки диаметром 5, 6 и 13 см по ГОСТ 25336;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- бумага фильтровальная «белая лента» по ГОСТ 12026.

**11.1.5** Допускается применение другого оборудования, материалов и реактивов, обеспечивающих необходимую точность измерений.

### **11.2 Метод определения измерений**

**11.2.1** Определение качественного состава карбонатов в исследуемой породе методом окрашивания (метод С.В. Тихомирова) заключается в следующем:

**11.2.1.1** Метилфиолет (фиолетовые чернила) окисляют 5 % - ным раствором соляной кислоты до получения зеленой или синей окраски. В этот раствор погружают карбонатный образец, затем его извлекают и промокают фильтровальной бумагой. В результате различные карбонатные соли окрашиваются в определенные цвета.

**11.2.2** Измерение количественного состава содержания карбонатных солей в породе сводится к определению нерастворимого остатка. При выборе оптимальной концентрации соляной кислоты должно быть соблюдено основное условие полноты протекания процесса. Карбонаты растворяются в HCl, если константа равновесия реакции растворения  $K_p > 0$  или произведение растворимости реакции растворения этих карбонатов в соляной кислоте  $pK_p < 0$ . Оптимальной концентрацией соляной кислоты является 10% - ный раствор HCl.

### **11.3 Правила безопасности**

**11.3.1** Разложение карбонатов кислотами, а также операции по приготовлению растворов кислот должны проводиться в вытяжном шкафу.

**11.3.2** Приточно-вытяжную вентиляцию следует включать за 30 минут до начала работы, и выключать через 30 минут после окончания.

**11.3.3** Створки вытяжных шкафов должны быть закрыты. Во время работы створки поднимают, но не более чем на 30 см, так, чтобы в шкафу находились только руки.

**11.3.4** Запрещается работать без перчаток при шлифовке горных пород, содержащих растворимые в воде соли.

**11.3.5** Запрещается оставлять керновый материал для просушки в нагретых сушильных шкафах без надзора.

**11.3.6** Запрещается эксплуатация неисправных лабораторных и нагревательных приборов.

**11.3.7** Все электронагревательные приборы устанавливаются на термоизолирующих прокладках.

**11.3.8** Корпуса всех лабораторных установок и приборов должны быть заземлены.

**11.3.9** В случае ожогов соляной кислотой пораженный участок промывают большим количеством воды, затем на обожженное место накладывают примочку 2 % - ного раствора соды.

**11.3.10** При попадании аэрозолей или брызг в глаза их немедленно нужно промыть большим количеством воды, затем 3 % - ным раствором бикарбоната натрия.

#### 11.4 Условия измерений

**11.4.1** С целью уменьшения погрешности измерения суммарного (валового) содержания карбонатных солей в породе рекомендуется:

- высушенные фильтры без осадка и с осадком охлаждать, взвешивать и хранить в предварительно высушенных и взвешенных бюксах при закрытых крышках;
- охлаждение в эксикаторе проводить при закрытых крышках бюксов.

**11.4.2** Реакцию растворения карбонатов в соляной кислоте следует проводить при температуре не ниже +15 °С, чтобы предотвратить снижение скорости и полноты протекания процесса. Давление и влажность окружающей среды на полноту реакции не влияют.

#### 11.5 Подготовка к выполнению измерений по определению качественного и суммарного (валового) состава карбонатных солей

**11.5.1** Приготовление 5 % - ного раствора соляной кислоты:

**11.5.1.1** Растворы кислот с определенной массовой долей готовят разбавлением концентрированных кислот. Объем концентрированной кислоты (X) в кубических сантиметрах, необходимый для приготовления 1 дм<sup>3</sup> раствора, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot \rho_{20} \cdot 1000}{C'_{исх} \cdot \rho'_{исх}} \quad (11.1)$$

где – требуемая массовая доля кислоты в растворе, %;

$\rho_{20}$  – требуемая плотность раствора кислоты, г/см<sup>3</sup>;

1000 – пересчет 1дм<sup>3</sup> в см<sup>3</sup>;

$C'_{исх}$  – массовая доля исходной концентрированной кислоты, %;

$\rho'_{исх}$  – плотность исходной концентрированной кислоты, г/см<sup>3</sup>.

##### Примеры

**а)** 5%-ная соляная кислота имеет  $\rho = 1,023$  г/см<sup>3</sup>. Концентрированная соляная кислота с  $\rho = 1,185$  г/см<sup>3</sup> и  $C = 36,31$  %.

**б)** В мерную колбу емкостью 1000 см<sup>3</sup> заливают около 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем вливают 119 мл концентрированной HCl, доливают до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

**11.5.2** Приготовление 10 % - ного раствора соляной кислоты:

**11.5.2.1** Концентрированная HCl ( $C = 36,31$  %) имеет  $\rho = 1,185$  г/см<sup>3</sup>; 10%-ная HCl имеет  $\rho = 1,048$  г/см<sup>3</sup>. Если исходная кислота имеет иную плотность, то ее рассчитывают по формуле 11.1.

**11.5.2.2** В мерную колбу емкостью 1000 см<sup>3</sup> заливают около 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем вливают 244 мл концентрированной HCl, доливают до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

**11.5.3** Для метода С.В. Тихомирова шлифуют образцы массой от 20 до 25 г из отэкстрагированной и высушенной породы.

**11.5.4** Для измерения содержания карбонатов химическим способом пробу отэкстрагированного кернового материала дробят на диспергаторе или растирают в фарфоровой ступке до порошка (величина зерен должна соответствовать 0,1 мм).

### 11.6 Выполнение измерений

**11.6.1** При выполнении измерений по определению типа карбонатных солей методом Тихомирова выполняют следующие операции:

- метилфиолет (фиолетовые чернила) окисляют 5 %-ным раствором соляной кислоты до получения зеленой или синей окраски;
- в окисленный раствор погружают карбонатный отшлифованный образец на 2 минуты;
- образец вынимают из раствора и промокают его фильтровальной бумагой;
- подвергают образец осмотру:
  - а) кальцит в результате опыта окрашивается в фиолетовый цвет;
  - б) доломит остается бесцветным или слабо зеленоватым;
  - в) кристаллы доломита размером менее 0,01 мм становятся бледно фиолетовыми;
  - г) арагонит приобретает фиолетовую окраску.

**11.6.2** При определении суммарного (валового) содержания карбонатов выполняют следующие операции.

**11.6.2.1** Отэкстрагированную и растертую породу сушат в сушильном шкафу в стаканчике при температуре  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  до абсолютно сухого веса. Высушивание производят до получения разности масс со стаканчиком при двух последующих взвешиваниях не более чем 0,0001 г. Охлаждают породу в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием или высокодисперсным силикагелем.

**11.6.2.2** Навеску массой 3 г, взвешенную с точностью до 0,0001 г, помещают в химической стакан и осторожно доливают (по стеклянной палочке) 50 мл 10% - ной кислоты. Содержимое стакана периодически перемешивают.

**11.6.2.3** По окончании реакции (прекращение выделения пузырьков газа, изменение окраски раствора) нерастворимый остаток отфильтровывают через предварительно высушенный до постоянного значения массы и взвешенный фильтр «белая лента».

**11.6.2.4** Осадок на фильтре промывают от 3 до 5 раз дистиллированной водой.

**11.6.2.5** Нерастворимый остаток вместе с фильтром сушат при температуре  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  до абсолютно сухого веса, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

**11.6.3** Высушивание производят до получения разности масс нерастворимого остатка с фильтром при двух последующих взвешиваниях не более 0,0001 г.

### 11.7 Обработка результатов

**11.7.1** Расчет нерастворимого остатка ведут по формуле

$$M_{н.о} = M_{ф.н} - M_{ф} \quad (11.2)$$

где  $M_{н.о}$  – масса нерастворимого остатка, г;

$M_{ф.н}$  – масса фильтра с навеской, г;

$M_{ф}$  – масса абсолютно сухого фильтра, г.

**11.7.2** Разница между первоначальным весом пробы (3 г) и весом нерастворимого остатка, выраженная в процентах, является карбонатностью породы:

$$K_n = \frac{(3 - M_{н.о})}{3} \cdot 100 \quad (11.3)$$

**11.7.3** Для каждого образца породы следует проводить по три параллельных определения. За окончательный принимают средний результат трех анализов.

Относительная погрешность определения карбонатности при доверительной вероятности  $P = 0,95$  составляет:

- с высоким (от 70 до 100 %) содержанием карбонатных солей -  $\pm 0,6$  %;
- при среднем (от 30 до 70%) содержании карбонатных солей -  $\pm 1,7$ %;
- для слабокарбонатных пород (содержание карбонатов менее 30%) -  $\pm 6,3$  % от измеряемой величины.

### 11.8 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют запись в журнале по форме, приведенной в таблице 11.2.

Таблица 11.2 – Результаты определения карбонатности породы

													В граммах	
Дата определения	Наименование и номер скважины	Интервал отбора керна, м	Номер образца	(по С.В. Тихомирову) Тип породы	Масса навески $M_1$	Масса бюкса $M_6$	Масса а.с. фильтра с бюксом $M_{фб}$	$M_{фр} = M_{фб} - M_6$ Масса а.с. фильтра	навеской и бюксом $M_{фнб}$ Масса а.с. фильтра с навеской	$M_{фн} = M_{фнб} - M_6$ Масса фильтра с навеской	остатка $M_{нo} = M_{фн} - M_{фр}$ Масса нерастворимого остатка	Среднее значение нерастворимого остатка	$K_{п} = (3 - M_{н.о.}/3) \cdot 100$ , % Карбонатность породы	Среднее значение карбонатности, %

## 12 Определение гранулометрического состава и глинистости породы

Определение гранулометрического состава и глинистости породы распространяется на образцы терригенных пород и слабокарбонатных пород, имеющих в своем составе примеси глинистого материала. В основу определения гранулометрического состава и глинистости породы положены методы лабораторного измерения гранулометрического (зернового) состава ситовым и пипеточным способом по ГОСТ 12536. Погрешность определений составляет не более 0,1%.

### 12.1 Средства измерений, материалы, реактивы

12.1.1 При выполнении определений гранулометрического состава и глинистости пород применяют следующие устройства, материалы и реактивы:

- сита с размером отверстий 1,0 и 0,1 мм по ГОСТ 12536;
- весы лабораторные 3-го класса точности по ГОСТ 24104;
- весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104;
- стаканчики стеклянные по ГОСТ 25336;
- ступка фарфоровая по ГОСТ 9147;
- пестик по ГОСТ 9147 с резиновым наконечником;
- чашка фарфоровая по ГОСТ 9147;
- эксикатор по ГОСТ 25336 с прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 4161;

## ТКП 17.04-42-2012

- шкаф сушильный термостатируемый с рабочей температурой  $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$  соответствует требованиям безопасности по ГОСТ 12.2.091;
- колба коническая плоскодонная емкостью  $1000 \text{ см}^3$  по ГОСТ 25336;
- воронки 45, 110 по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-1000 по ГОСТ 1770;
- термометры с погрешностью до  $0,5 ^\circ\text{C}$  и  $0,1 ^\circ\text{C}$  по ГОСТ 28498;
- бюксы стеклянные по ГОСТ 25336;
- ареометр со шкалой 1,000-1,060 и ценой деления 0,001;
- секундомер (устройство для измерения времени, дающее возможность отсчета времени до 0,1 с и имеющее погрешность с точностью  $\pm 0,07 \%$ , когда снимают показания в интервале от 200 до 900 с);
- промывалка;
- аспиратор;
- колба П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- штатив по ГОСТ 10197;
- пипетка засасывающего типа емкостью  $25 \text{ см}^3$  с запаянным нижним концом и четырьмя боковыми отверстиями по ГОСТ 1770;
- баня песчаная;
- нож;
- пирофосфорнокислый натрий по ГОСТ 342;
- 25 %-ный раствор аммиака по ГОСТ 3760-79 или ГОСТ 24147;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- кислота соляная по ГОСТ 3118-77;
- лакмусовая бумага в соответствии с [8];
- фильтровальная бумага по ГОСТ 12026;
- тигель фарфоровый по ГОСТ 9147;
- пикнометры ПЖ-1-50-КШ1 10/13 по ГОСТ 1770;
- керосин технический по ГОСТ 18499 или керосин осветительный по ГОСТ 4753.

### 12.2 Метод определения измерений

**12.2.1** Способ определения гранулометрического состава заключается в определении процентного содержания фракций породы с размерами частиц более 1,0 мм; от 0,1 до 1,0 мм ситовым способом и частиц от 0,1 до 0,05; от 0,05 до 0,01; от 0,01 до 0,005; от 0,005 до 0,001; менее 0,001 мм методом пипетки.

### 12.3 Правила безопасности

**12.3.1** Подготовку горных сколов и дробление породы следует проводить в защитных очках.

**12.3.2** Запрещается работать без резиновых перчаток при шлифовке и дроблении горных пород, содержащих растворимые соли.

**12.3.3** Запрещается эксплуатация неисправных лабораторных и нагревательных приборов.

**12.3.4** Все электронагревательные приборы должны быть установлены на термоизолирующих прокладках.

**12.3.5** Корпуса лабораторных приборов и установок должны быть заземлены.

**12.3.6** Просушка проб пород, нагретых в сушильных шкафах, должна осуществляться под специальным надзором.

**12.3.7** Работы, связанные с кипячением химических веществ, должны производиться в вытяжных шкафах при включенной вентиляции.

**12.3.8** Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости (керосин) должны храниться в толстостенной стеклянной посуде с притертыми пробками.

## 12.4 Требования к квалификации исполнителей

**12.4.1** К проведению работ по определению гранулометрического состава и глинистости допускаются специалисты с высшим или средним специальным образованием, прошедшие специальную подготовку, без предъявления требований к стажу работы.

## 12.5 Условия измерений

**12.5.1** При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в таблице 12.1

**Таблица 12.1 – Условия определения измерений**

Наименование влияющей величины	В градусах Цельсия	
	Номинальные значения	Предельные отклонения
Температура окружающей среды	10; 12,5; 15; 17,5; 20; 22,5; 25; 27; 30.	$\pm 0,5$
Температура сушки образцов	105	$\pm 2,0$
Напряжение в электрической сети	230 В	$\pm 23 В$

## 12.6 Подготовка к выполнению измерений

**12.6.1** Образцы породы подготавливают для определения в соответствии с ГОСТ 26450.0. и разделом 6. Для этого образцы, содержащие углеводороды, должны быть очищены от них путем экстрагирования.

**12.6.2** Образцы породы измельчают в ступке пестиком с резиновым наконечником.

**12.6.3** Приготовление раствора пирофосфорнокислого натрия.

**12.6.3.1** Для приготовления 100 г 4 %- ного раствора пирофосфорнокислого натрия из его безводной соли берут навеску 4 г  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  и 96 г дистиллированной воды, которые помещают в стакан и тщательно перемешивают до полного растворения соли. Замеряют ареометром плотность раствора ( $\rho$ ) при температуре 20 °С. Количество безводного пирофосфорнокислого натрия, необходимого для приготовления 1 дм<sup>3</sup> 4 %-ного его раствора, рассчитывают по формуле

$$a = 10 \cdot 4 \cdot \rho \quad (12.1)$$

**12.6.3.2** Для приготовления 100 г 6,7 %-ного раствора пирофосфорнокислого натрия из его 10-водной соли берут навеску 6,7 г  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  и 93,3 г дистиллированной воды, которые помещают в стакан и тщательно перемешивают до полного растворения соли. Замеряют ареометром плотность раствора ( $\rho$ ) при температуре 20 °С. Количество 10-водного пирофосфорнокислого натрия, необходимого для приготовления 1 дм<sup>3</sup> 6,7 %-ного его раствора, рассчитывают по формуле

$$a = 10 \cdot 6,7 \cdot \rho \quad (12.2)$$

**12.6.4** Определение удельного веса породы. Плотность частиц породы определяют по отношению массы частиц породы к их объему. Для этого применяют пикнометрический способ измерения минералогической плотности с удалением воздуха кипячением или вакуумированием.

**12.6.4.1** Пикнометрический способ определения удельного веса частиц породы с удалением воздуха кипячением применяют для пород, не содержащих водорастворимых и разбухающих в воде компонентов. Для каждого образца породы проводят по три параллельных измерения. За окончательный принимают средний результат. Измерения заключаются в следующем:

## ТКП 17.04-42-2012

а) навеску от 15 до 20 г абсолютно сухой измельченной породы засыпают в пикнометр объемом до 50 см<sup>3</sup>. При ограниченном количестве исследуемой породы допускается использовать пикнометры объемом 25 см<sup>3</sup>, сократив навеску до 5 г. Пикнометр должен быть высушен, охлажден в эксикаторе и взвешен – М<sub>0</sub>. Вес пикнометра с навеской – М<sub>1</sub>. Все взвешивания производят на лабораторных весах 2-го класса точности;

б) заливают пикнометр на половину объема дистиллированной водой, осторожно взбалтывают и кипятят на песчаной бане от 30 до 60 мин. Режим кипения выбирают таким, чтобы не допустить разбрызгивания суспензии;

в) дают пикнометру остыть, доливают его свежеекипяченой дистиллированной водой (4/5 объема), термостатируют в водяной бане при температуре (20 ± 0,2) °С и доводят уровень до риски;

г) тщательно протирают пикнометр фильтровальной бумагой снаружи и взвешивают – М<sub>2</sub>. Взвешивание производят при комнатной температуре. За несколько минут, затраченных на взвешивание, потери на испарение через капилляр незначительны, количество воды в пикнометре не меняется. Масса воды с пикнометром при этом соответствует массе при 20 °С;

д) сливают содержимое, промывают пикнометр, заполняют его дистиллированной водой, термостатируют при температуре (20 ± 0,2) °С, доводят уровень до риски и взвешивают – М<sub>3</sub>. Последнюю операцию достаточно выполнять через каждые от 10 до 20 измерений;

е) вычисляют минералогическую плотность (удельный вес частиц породы) по формуле

$$\rho_{\text{мн}} = \frac{M_1 - M_0}{(M_3 - M_0) - (M_2 - M_1)}$$

(12.3)

ж) при работе с навесками до 5 г следует применять пикнометры объемом до 25 см<sup>3</sup> с вставными капиллярами на шлифе, в которых постоянство объема достигается приведением уровня жидкости к верхнему торцу капилляра. Капилляр должен входить в горлышко пикнометра плотно и на постоянную глубину. Просачивание жидкости через пикнометр недопустимо: негерметичность шлифа можно выявить по намочанию фильтровальной бумаги у стенки до 60 сек после заполнения пикнометра жидкостью. При работе с навесками свыше 10 г применяют пикнометры объемом от 20 до 50 см<sup>3</sup> с длинным горлышком и кольцевой рисккой, ограничивающей фиксированный объем: уровень жидкости приводят к риску по нижнему краю мениска.

**12.6.4.2** Пикнометрический способ измерения минералогической плотности с удалением воздуха вакуумированием применяют для пород, содержащих водорастворимые и разбухающие в воде компоненты. В этом способе в качестве жидкости могут быть использованы: очищенный керосин известной плотности, определенной по стандартной методике, н-декан и др. Последовательность выполнения операций та же, что и в варианте, описанном выше. Удаление воздуха выполняют следующим образом:

- после помещения навески в пикнометр и взвешивания, заливают в пикнометр жидкость так, чтобы уровень ее был выше породы на 1,5 см;

- пикнометр помещают в герметичный сосуд и медленно повышают вакуум так, чтобы кипение жидкости было как можно менее интенсивным;

- после прекращения выделения воздуха приводят давление к атмосферному, доливают в пикнометр отвакуумированную жидкость и вновь вакуумируют в течение 30 мин;

- снимают вакуум, термостатируют пикнометр в водяной бане при температуре (20 ± 0,2) °С;

- доводят уровень до риски и взвешивают. Температуру контролируют термометром с точностью 0,1 °С.

**12.6.5** Приготовление рабочего раствора соляной кислоты.

**12.6.5.1** Для приготовления 5 % - ного раствора соляной кислоты определяют плотность исходной (концентрированной) HCl при температуре 20 °С. 5 % - ный раствор HCl имеет плотность 1,023 г/см<sup>3</sup>.

**12.6.5.2** Расчет объема исходной соляной кислоты, необходимой для приготовления 1000 см<sup>3</sup> ее 5 %-ного раствора, ведут по формуле

$$V = \frac{5 \cdot 1,023 \cdot 1000}{\rho_{исх} \cdot C_{исх}} \quad (12.4)$$

где  $\rho_{исх}$  – плотность исходной (концентрированной) соляной кислоты, г/см<sup>3</sup>;

$C_{исх}$  – концентрация исходной HCl, %.

**12.6.5.3** В мерный цилиндр, объемом 1000 см<sup>3</sup> вливают 850 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем добавляют V см<sup>3</sup> соляной кислоты и осторожно пипеткой доливают до метки дистиллированную воду. Раствор переливают в колбу и перемешивают.

**12.6.6** Подготовка слабокарбонатной породы к анализу. Слабокарбонатную породу, подготовленную в соответствии с 12.6.1 и 12.6.2, обрабатывают 5 %-ным раствором соляной кислоты.

**12.6.6.1** Породу помещают в химический стакан (объем стакана подбирают в зависимости от количества породы) и осторожно, по стеклянной палочке заливают ее раствором кислоты в пропорции: 1 часть породы – 5 частей HCl. Содержимое стакана периодически перемешивают. Процесс ведут до полного удаления солей угольной кислоты. Для подтверждения окончания процесса разложения карбонатов в стакан доливают еще 1 часть 5 %-ной соляной кислоты и если при этом не происходит выделение пузырьков, то реакцию считают завершенной. Если наблюдают в стакане образование пузырьков, содержимое при периодическом помешивании выдерживают до исчезновения пузырения и вновь доливают 1 часть раствора кислоты. И так повторяют до тех пор, пока все соли угольной кислоты перейдут в раствор. Суспензии дают отстояться.

**12.6.6.2** Жидкость над пробой породы осторожно сливают. В стакан с пробой заливают дистиллированную воду в соотношении: 1 часть породы – 5 частей воды, содержимое стакана перемешивают и дают отстояться. Жидкость над породой осторожно сливают. Операцию повторяют от 2 до 3 раз, в зависимости от объема породы.

**12.6.6.3** Породу переносят на фильтр в воронку и промывают осторожно дистиллированной водой до получения нейтральной реакции фильтрата по лакмусовой бумаге.

**12.6.6.4** Фильтр с породой переносят в фарфоровую чашку и помещают в сушильный шкаф, где высушивают до постоянного веса при температуре (105 ± 2) °С.

**12.6.7** Подготовленную в соответствии с 12.6.1 и 12.6.2 терригенную породу и с 12.6.1, 12.6.2, 12.6.6 слабокарбонатную породу готовят к непосредственным определениям гранулометрического состава и глинистости. Для этого проводят следующие операции:

**12.6.7.1** Методом квартования (распределяют растертую породу тонким слоем по листу плотной бумаги, проводят ножом в продольном и поперечном направлении борозды, разделяя поверхность породы на квадраты, и отбирают понемногу породу с каждого квадрата) отбирают среднюю пробу весом около 100 г (М) в воздушно сухом состоянии и просеивают через сито с размером отверстий 1 мм. Производят взвешивания породы, оставшейся на сите и прошедшей через него (а).

**12.6.7.2** Отбирают методом квартования среднюю пробу из породы, прошедшей через сито с размером отверстий 1 мм, в заранее взвешенную фарфоровую чашку и взвешивают ее. Масса средней пробы для анализа (q<sub>0</sub>) должна составлять 20 г. Взвешивание производят на весах 2-го класса точности.



**12.6.7.3** Среднюю пробу породы помещают в колбу емкостью 250 см<sup>3</sup>, смывая остаток пробы в чашке струей дистиллированной воды из промывалки и доливают в колбу не более 200 см<sup>3</sup> воды.

**12.6.7.4** В колбу добавляют 25 см<sup>3</sup> 4 %-ного (из расчета на безводный Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) или 6,7 %-ного (из расчета на водный Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> · 10 H<sub>2</sub>O) раствора пиррофосфорнокислого натрия. Колбу закрывают воронкой диаметром 5 см и кипятят суспензию на песчаной бане в течение 1 часа (кипение не должно быть бурным).

**12.6.7.5** Суспензию охлаждают до комнатной температуры, сливают в стеклянный цилиндр емкостью 1 дм<sup>3</sup> сквозь сито с размером отверстий 0,1 мм, помещенное в воронку диаметром 14 см. Оставшиеся на внутренней поверхности колбы частицы породы смывают тщательно водой из промывалки на сито.

**12.6.7.6** Задержавшиеся на сите частицы и агрегаты породы смывают струей дистиллированной воды в фарфоровую чашку, где их тщательно растирают пестиком с резиновым наконечником или пальцем в тонком резиновом чехле. Сливают образовавшуюся в чашке взвесь в цилиндр сквозь сито с размером отверстий 0,1 мм. Растирание осадка в чашке и сливание взвеси сквозь сито в цилиндр продолжают до полного осветления воды над частицами, оставшимися на дне чашки.

**12.6.7.7** Частицы породы, задержавшиеся на сите, добавляют к частицам, оставшимся на дне фарфоровой чашки, переносят их в заранее взвешенный фарфоровый тигель или стеклянный стаканчик, выпаривают на песчаной бане, высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы (в).

**12.6.7.8** Высушенные до постоянной массы частицы породы просеивают сквозь сито с размером отверстий 0,1 мм. Прошедшие сквозь сито частицы переносят в цилиндр с суспензией, доводят объем цилиндра дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>. Фракции породы, задержавшиеся на сите, взвешивают (с).

## 12.7 Проведение измерений

**12.7.1** Перед отбором каждой пробы измеряют температуру суспензии в цилиндре.

**12.7.2** Приготовленную суспензию перед отбором пробы взбалтывают в течение 1 мин до полного взмучивания осадка со дна цилиндра, не допуская выплескивания суспензии, и оставляют цилиндр в покое до момента взятия пробы.

**12.7.3** Время отбора проб суспензии (с размерами частиц менее 0,05; 0,01; 0,005; и 0,001 мм) после начала отстаивания определяют в зависимости от удельного веса породы и температуры в соответствии с таблицей 12.2.

Таблица 12.2 – Интервалы времени взятия проб суспензии пород

Диаметр частиц, мм	Удельный вес частиц, г/см <sup>3</sup>	Глубина, взятия проб, мм	Интервалы времени взятия проб суспензии в зависимости от температуры		
			10 °С	12,5 °С	15 °С
1	2	3	4	5	6
менее 0,05	2,40	25	2 мин 51 с	2 мин 39 с	2 мин 29 с
менее 0,01	2,40	10	28 мин 25 с	26 мин 31 с	24 мин 51 с
менее 0,005	2,40	10	1 ч 53 мин 41 с	1 ч 46 мин 05 с	1 ч 39 мин 27 с
"- 0.002	2.40	7	8 ч 17 мин 18 с	7 ч 44 мин 04 с	7 ч 15 мин 00 с
"- 0.001	2.40	7	33 ч 09 мин 12 с	30 ч 56 мин 16 с	29 ч 00 мин 00 с
			2 мин 45 с	2 мин 34 с	2 мин 24 с

-"- 0.05	2.45	25			
-"- 0.01	2.45	10	27 мин 26 с	25 мин 36 с	24 мин 00 с

ТКП 17.04-42-2012

Продолжение таблицы 12.2

1	2	3	4	5	6
-"- 0.005	2.45	10	1 ч 49 мин 43 с	1 ч 42 мин 23 с	1 ч 36 мин 00 с
-"- 0.002	2.45	7	8 ч 00 мин 11 с	7 ч 28 мин 06 с	7 ч 00 мин 01 с
-"- 0.001	2.45	7	32 ч 00 мин 45 с	29 ч 52 мин 23 с	28 ч 00 мин 00 с
-"- 0.05	2.50	25	2 мин 39 с	2 мин 28 с	2 мин 19 с
-"- 0.01	2.50	10	26 мин 31 с	24 мин 45 с	23 мин 12 с
-"- 0.005	2.50	10	1 ч 46 мин 00 с	1 ч 38 мин 58 с	1 ч 32 мин 48 с
-"- 0.002	2.50	7	7 ч 44 мин 08 с	7 ч 13 мин 52 с	6 ч 46 мин 00 с
-"- 0.001	2.50	7	30 ч 56 мин 34 с	28 ч 55 мин 30 с	27 ч 03 мин 59 с
-"- 0.05	2.55	25	2 мин 34 с	2 мин 24 с	2 мин 15 с
-"- 0.01	2.55	10	25 мин 40 с	23 мин 57 с	22 мин 27 с
-"- 0.005	2.55	10	1 ч 42 мин 41 с	1 ч 35 мин 47 с	1 ч 29 мин 48 с
-"- 0.002	2.55	7	7 ч 29 мин 12 с	6 ч 59 мин 11 с	6 ч 32 мин 55 с
-"- 0.001	2.55	7	29 ч 56 мин 48 с	27 ч 56 мин 44 с	26 ч 11 мин 41 с
менее 0.05	2.60	25	2 мин 29 с	2 мин 19 с	2 мин 10 с
-"- 0.01	2.60	10	24 мин 52 с	23 мин 12 с	21 мин 45 с
-"- 0.005	2.60	10	1 ч 39 мин 27 с	1 ч 32 мин 48 с	1 ч 26 мин 59 с
-"- 0.002	2.60	7	7 ч 16 мин 08 с	6 ч 46 мин 03 с	6 ч 29 мин 38 с
-"- 0.001	2.60	7	29 ч 00 мин 31 с	27 ч 04 мин 12 с	25 ч 22 мин 28 с
-"- 0.05	2.65	25	2 мин 25 с	2 мин 15 с	2 мин 07 с
-"- 0.01	2.65	10	24 мин 07 с	22 мин 30 с	21 мин 06 с
-"- 0.005	2.65	10	1 ч 36 мин 27 с	1 ч 30 мин 00 с	1 ч 24 мин 21 с
-"- 0.002	2.65	7	7 ч 01 мин 58 с	6 ч 33 мин 46 с	6 ч 19 мин 06 с
-"- 0.001	2.65	7	28 ч 07 мин 53 с	26 ч 15 мин 05 с	24 ч 36 мин 25 с
-"- 0.05	2.70	25	2 мин 20 с	2 мин 11 с	2 мин 03 с
-"- 0.01	2.70	10	23 мин 24 с	21 мин 50 с	29 мин 28 с
-"- 0.005	2.70	10	1 ч 33 мин 38 с	1 ч 27 мин 21 с	1 ч 21 мин 54 с

Продолжение таблицы 12.2

1	2	3	4	5	6
"- 0.002	2.70	7	6 ч 49 мин 35 с	6 ч 22 мин 13 с	5 ч 58 мин 16 с
"- 0.001	2.70	7	27 ч 18 мин 21 с	25 ч 28 мин 51 с	23 ч 53 мин 05 с
"- 0.05	2.75	25	2 мин 16 с	2 мин 07 с	1 мин 59 с
"- 0.01	2.75	10	22 мин 44 с	21 мин 13 с	19 мин 53 с
"- 0.005	2.75	10	1 ч 30 мин 56 с	1 ч 24 мин 52 с	1 ч 19 мин 33 с
"- 0.002	2.75	7	6 ч 37 мин 51 с	6 ч 11 мин 16 с	5 ч 48 мин 00 с
"- 0.001	2.75	7	26 ч 31 мин 25 с	24 ч 45 мин 04 с	23 ч 12 мин 02 с
"- 0.05	2.80	25	2 мин 13 с	2 мин 04 с	1 мин 56 с
"- 0.01	2.80	10	22 мин 06 с	20 мин 39 с	19 мин 20 с
"- 0.005	2.80	10	1 ч 28 мин 25 с	1 ч 22 мин 30 с	1 ч 17 мин 20 с
"- 0.002	2.80	7	6 ч 26 мин 50 с	6 ч 00 мин 59 с	5 ч 38 мин 21 с
"- 0.001	2.80	7	25 ч 47 мин 18 с	24 ч 03 мин 54 с	22 ч 33 мин 26 с
			<b>17.5 °C</b>	<b>20 °C</b>	<b>22.5 °C</b>
"- 0.05	2.40	25	2 мин 20 с	2 мин 12 с	2 мин 04 с
"- 0.01	2.40	10	23 мин 20 с	21 мин 59 с	20 мин 41 с
"- 0.005	2.40	10	1 ч 33 мин 19 с	1 ч 27 мин 54 с	1 ч 22 мин 45 с
"- 0.002	2.40	7	6 ч 48 мин 13 с	6 ч 22 мин 05 с	6 ч 01 мин 36 с
"- 0.001	2.40	7	27 ч 12 мин 51 с	25 ч 28 мин 20 с	24 ч 08 мин 23 с
менее 0.05	2.45	25	2 мин 15 с	2 мин 07 с	2 мин 00 с
"- 0.01	2.45	10	22 мин 31 с	21 мин 13 с	19 мин 59 с
"- 0.005	2.45	10	1 ч 30 мин 05 с	1 ч 24 мин 53 с	1 ч 19 мин 54 с
"- 0.002	2.45	7	6 ч 31 мин 09 с	6 ч 11 мин 19 с	5 ч 49 мин 36 с
"- 0.001	2.45	7	26 ч 16 мин 35 с	24 ч 45 мин 15 с	23 ч 31 мин 23 с
"- 0.05	2.50	25	2 мин 11 с	2 мин 03 с	1 мин 56 с
"- 0.01	2.50	10	21 мин 46 с	20 мин 31 с	19 мин 19 с
"- 0.005	2.50	10	1 ч 27 мин 05 с	1 ч 22 мин 01 с	1 ч 17 мин 14 с
"- 0.002	2.50	7	6 ч 21 мин 31 с	5 ч 58 мин 56 с	5 ч 37 мин 58 с

ТКП 17.04-42-2012

Продолжение таблицы 12.2

1	2	3	4	5	6
-"-0.001	2.50	7	25 ч 26 мин 04 с	23 ч 55 мин 43 с	22 ч 31 мин 52 с
-"- 0.05	2.55	25	2 мин 07 с	1 мин 59 с	1 мин 51 с
-"- 0.01	2.50	10	21 мин 04 с	19 мин 51 с	18 мин 41 с
-"- 0.005	2.50	10	1 ч 24 мин 16 с	1 ч 19 мин 24 с	1 ч 14 мин 44 с
-"- 0.002	2.50	7	6 ч 09 мин 09 с	5 ч 47 мин 21 с	5 ч 27 мин 04 с
-"- 0.001	2.50	7	24 ч 36 мин 36 с	23 ч 09 мин 23 с	21 ч 48 мин 13 с
-"- 0.05	2.60	25	2 мин 02 с	1 мин 56 с	1 мин 49 с
-"- 0.01	2.60	10	20 мин 25 с	19 мин 14 с	18 мин 06 с
-"- 0.005	2.60	10	1 ч 21 мин 37 с	1 ч 16 мин 55 с	1 ч 12 мин 24 с
-"- 0.002	2.60	7	5 ч 57 мин 10 с	5 ч 36 мин 29 с	5 ч 16 мин 49 с
-"-0.001	2.60	7	23 ч 48 мин 41 с	22 ч 25 мин 57 с	21 ч 07 мин 17 с
-"- 0.05	2.65	25	1 мин 59 с	1 мин 52 с	1 мин 45 с
-"- 0.01	2.65	10	19 мин 48 с	18 мин 39 с	17 мин 33 с
-"- 0.005	2.65	10	1 ч 19 мин 08 с	1 ч 14 мин 34 с	1 ч 10 мин 12 с
-"- 0.002	2.65	7	5 ч 46 мин 21 с	5 ч 26 мин 17 с	5 ч 07 мин 15 с
-"- 0.001	2.65	7	23 ч 05 мин 26 с	21 ч 45 мин 09 с	20 ч 28 мин 59 с
-"- 0.05	2.70	25	1 мин 55 с	1 мин 49 с	1 мин 42 с
-"- 0.01	2.70	10	19 мин 13 с	18 мин 06 с	17 мин 02 с
-"- 0.005	2.70	10	1ч 16 мин 50 с	1ч 12 мин 24 с	1 ч 08 мин 10 с
-"- 0.002	2.70	7	5 ч 36 мин 10 с	5 ч 16 мин 36 с	4 ч 58 мин 12 с
-"- 0.001	2.70	7	22 ч 24 мин 42 с	21 ч 06 мин 44 с	19 ч 52 мин 47 с
-"- 0.05	2.75	25	1 мин 52 с	1 мин 45 с	1 мин 39 с
-"- 0.01	2.75	10	18 мин 40 с	17 мин 35 с	16 мин 33 с
-"- 0.005	2.75	10	1 ч 14 мин 38 с	1 ч 10 мин 19 с	1 ч 06 мин 13 с
-"- 0.002	2.75	7	5 ч 26 мин 35 с	5 ч 07 мин 38 с	4 ч 49 мин 40 с
-"- 0.001	2.75	7	21 ч 46 мин 19 с	20 ч 30 мин 38 с	19 ч 18 мин 40 с

Продолжение таблицы 12.2

1	2	3	4	5	6
менее 0.05	2.80	25	1 мин 49 с	1 мин 43 с	1 мин 37 с
-"-0.01	2.80	10	18 мин 09 с	17 мин 06 с	16 мин 06 с
-"- 0.005	2.80	10	1 ч 12 мин 34 с	1 ч 08 мин 22 с	1 ч 04 мин 22 с
-"- 0.002	2.80	7	5 ч 16 мин 46 с	4 ч 59 мин 07 с	4 ч 40 мин 08 с
-"- 0.001	2.80	7	21 ч 07 мин 03 с	19 ч 56 мин 28 с	18 ч 40 мин 34 с
			<b>25 °С</b>	<b>27 °С</b>	<b>30 °С</b>
-"- 0.05	2.40	25	1 мин 57 с	1 мин 51 с	1 мин 45 с
-"- 0.01	2.40	10	19 мин 33 с	18 мин 27 с	17 мин 28 с
-"- 0.005	2.40	10	1 ч 18 мин 13 с	1 ч 13 мин 49 с	1 ч 09 мин 55 с
-"- 0.002	2.40	7	5 ч 42 мин 08 с	5 ч 22 мин 57 с	5 ч 05 мин 48 с
-"- 0.001	2.40	7	22 ч 48 мин 31 с	21 ч 31 мин 48 с	20 ч 23 мин 11 с
-"- 0.05	2.45	25	1 мин 53 с	1 мин 47 с	1 мин 41 с
-"- 0.01	2.45	10	18 мин 53 с	17 мин 49 с	16 мин 52 с
-"- 0.005	2.45	10	1 ч 15 мин 34 с	1 ч 11 мин 15 с	1 ч 07 мин 29 с
-"- 0.002	2.45	7	5 ч 39 мин 19 с	5 ч 11 мин 48 с	4 ч 55 мин 16 с
-"- 0.001	2.45	7	22 ч 01 мин 15 с	20 ч 47 мин 14 с	19 ч 41 мин 05 с
-"- 0.05	2.50	25	1 мин 49 с	1 мин 43 с	1 мин 38 с
-"- 0.01	2.50	10	18 мин 15 с	17 мин 13 с	16 мин 19 с
-"- 0.005	2.50	10	1 ч 12 мин 58 с	1 ч 08 мин 52 с	1 ч 05 мин 14 с
-"- 0.002	2.50	7	5 ч 19 мин 19 с	5 ч 01 мин 19 с	4 ч 45 мин 25 с
-"- 0.001	2.50	7	21 ч 17 мин 17 с	20 ч 05 мин 36 с	19 ч 01 мин 40 с
-"- 0.05	2.55	25	1 мин 46 с	1 мин 40 с	1 мин 35 с
-"- 0.01	2.55	10	17 мин 39 с	16 мин 40 с	15 мин 47 с
-"- 0.005	2.55	10	1 ч 10 мин 37 с	1 ч 06 мин 40 с	1 ч 03 мин 08 с
-"- 0.002	2.55	7	5 ч 09 мин 00 с	4 ч 51 мин 42 с	4 ч 36 мин 13 с
-"- 0.001	2.55	7	20 ч 36 мин 00 с	19 ч 26 мин 47 с	18 ч 24 мин 54 с

Окончание таблицы 12.2

1	2	3	4	5	6
-"- 0.05	2.60	25	1 мин 43 с	1 мин 37 с	1 мин 32 с
-"- 0.01	2.60	10	17 мин 06 с	16 мин 09 с	15 мин 17 с
-"- 0.005	2.60	10	1 ч 08 мин 25 с	1 ч 04 мин 34 с	1 ч 01 мин 10 с
-"- 0.002	2.60	7	4 ч 59 мин 21 с	4 ч 42 мин 33 с	4 ч 27 мин 35 с
-"- 0.001	2.60	7	19 ч 57 мин 26 с	18 ч 50 мин 16 с	17 ч 50 мин 20 с
менее 0.05	2.65	25	1 мин 40 с	1 мин 34 с	1 мин 29 с
-"- 0.01	2.65	10	16 мин 35 с	15 мин 39 с	14 мин 50 с
-"- 0.005	2.65	10	1 ч 06 мин 21 с	1 ч 02 мин 38 с	59 мин 19 с
-"- 0.002	2.65	7	4 ч 50 мин 18 с	4 ч 34 мин 01 с	4 ч 19 мин 28 с
-"- 0.001	2.65	7	19 ч 21 мин 13 с	18 ч 16 мин 05 с	17 ч 17 мин 52 с
-"- 0.05	2.70	25	1 мин 37 с	1 мин 31 с	1 мин 26 с
-"- 0.01	2.70	10	16 мин 06 с	15 мин 12 с	14 мин 23 с
-"- 0.005	2.70	10	1 ч 04 мин 24 с	1 ч 00 мин 47 с	57 мин 34 с
-"- 0.002	2.70	7	4 ч 42 мин 10 с	4 ч 25 мин 57 с	4 ч 11 мин 54 с
-"- 0.001	2.70	7	18 ч 48 мин 40 с	17 ч 43 мин 48 с	16 ч 47 мин 24 с
-"- 0.05	2.75	25	1 мин 34 с	1 мин 29 с	1 мин 24 с
-"- 0.01	2.75	10	15 мин 38 с	14 мин 46 с	13 мин 59 с
-"- 0.005	2.75	10	1 ч 02 мин 32 с	59 мин 04 с	55 мин 56 с
-"- 0.002	2.75	7	4 ч 33 мин 43 с	4 ч 18 мин 22 с	4 ч 04 мин 34 с
-"- 0.001	2.75	7	18 ч 14 мин 51 с	17 ч 13 мин 27 с	16 ч 18 мин 35 с
-"- 0.05	2.80	25	1 мин 34 с	1 мин 26 с	1 мин 22 с
-"- 0.01	2.80	10	15 мин 12 с	14 мин 24 с	13 мин 35 с
-"- 0.005	2.80	10	1 ч 00 мин 59 с	57 мин 25 с	54 мин 22 с
-"- 0.002	2.80	7	4 ч 26 мин 06 с	4 ч 11 мин 40 с	3 ч 57 мин 50 с
-"- 0.001	2.80	7	17 ч 44 мин 23 с	16 ч 44 мин 42 с	15 ч 51 мин 22 с

**12.7.3.1** Продолжительность наполнения пипетки суспензией при отборе проб и глубину погружения пипетки определяют в зависимости от размера частиц по таблице 12.3.

**Таблица 12.3 – Глубина и продолжительность взятия проб суспензии**

Размер частиц, мм	Глубина взятия пробы, см	Продолжительность взятия пробы, с
менее 0,05	25	10
менее 0,01	10	15
менее 0,005	10	20
менее 0,001	7	30

**12.7.3.2** При отборе пробы пипетку в закрытом положении поднимают по штативу и опускают по центру в цилиндр с суспензией. По истечении положенного времени поворотом крана, соединяющего пипетку с аспиратором, производят всасывание суспензии до измерительной черты.

**12.7.3.3** Кран закрывают, пипетку вынимают и отводят в сторону от цилиндра. Суспензию переносят в заранее взвешенный стеклянный стаканчик или фарфоровый тигель.

**12.7.3.4** Пипетку промывают небольшими порциями дистиллированной воды, сливая ее в тот же стаканчик или тигель.

**12.7.4** Пробы в стаканчиках выпаривают на песчаной бане, сушат до постоянного веса при температуре  $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$  и взвешивают на весах 2-го класса точности ( $A_1$ - менее 0,05 мм;  $A_2$ - менее 0,01 мм;  $A_3$  – менее 0,005 мм;  $A_4$ - менее 0,001 мм).

## 12.8 Обработка результатов определения

**12.8.1** Содержание фракций породы менее 0,05 ( $L_1$ ); менее 0,01 ( $L_2$ ); менее 0,005 ( $L_3$ ); менее 0,001 ( $L_4$ ) мм вычисляют по формуле

$$L = \frac{A \cdot 1000}{q_0 \cdot V_n} \cdot (100 - \Phi), \%, \quad (12.5)$$

где  $A$  – масса фракций породы в объеме пипетки, высушенных до постоянного веса, ( $A_1, A_2, A_3, A_4$ ), г;

$q_0$  – масса абсолютно сухой средней пробы породы, взятой для анализа, 20 г;

$V_n$  – емкость пипетки, см<sup>3</sup>;

$\Phi$  – суммарное содержание фракций породы более 1,0 мм, %.

$$\Phi = \frac{(M - a) \cdot 100}{M}, \quad (12.6)$$

где  $a$  – масса породы, прошедшей через сито с размером отверстий 1 мм, г;

$M$  – масса средней пробы породы в воздушно - сухом состоянии, 100 г.

**12.8.2** Содержание фракций от 0,05 до 0,01 мм вычисляют по разности между процентным содержанием фракций менее 0,05 мм и менее 0,01 мм

$$\Pi_1 = L_1 - L_2, \%. \quad (12.7)$$

**12.8.2.1** Аналогично вычисляют процентное содержание:

- фракций породы от 0,01 до 0,005 мм



$$П_2 = L_2 - L_3, \%, \quad (12.8)$$

- фракций породы от 0,005 до 0,001 мм

$$П_3 = L_3 - L_4, \%. \quad (12.9)$$

**12.8.3** При расчете фракции породы менее 0,001 мм вносят поправку на содержание введенного диспергатора, для чего из веса данной фракции породы вычитают вес введенного абсолютно сухого диспергатора в объеме пипетки

$$П_4 = L_4 - x, \%. \quad (12.10)$$

**12.8.3.1** При объеме пипетки 25 мл количество диспергатора в ее объеме рассчитывают по формуле

$$x = \frac{25 \cdot \rho}{1000}, \%, \quad (12.11)$$

где  $\rho$  – плотность раствора  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  или  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ , г/см<sup>3</sup>.

**12.8.3.2** При расчетах принимают, что количество абсолютно сухого пиррофосфорнокислого натрия в 100 г его 4 %-ного (безводного) и 6,7 %-ного (водного) раствора равно 4 г (25 см<sup>3</sup> такого раствора содержит  $25 \cdot 4/100 \cdot \rho$  г чистого вещества).

**12.8.4** Фракцию породы от 0,1 до 0,05 мм находят по разности: из 100 % вычитают сумму всех фракций, определяемых с помощью пипетки (с учетом поправки на введение диспергатора), и данные, полученные просеиванием через сита размерами 1,0 и 0,1 мм

$$П_5 = \frac{100 \cdot a}{M} - П_1 - П_2 - П_3 - П_4 - E, \%, \quad (12.12)$$

где  $E$  – фракция породы от 0,1 до 1,0 мм

$$E = \frac{a \cdot c}{q_0} \cdot \frac{100}{M}, \%, \quad (12.13)$$

**12.8.5** Фракцию породы с размерами частиц более 1 мм рассчитывают по формуле

$$Д = \frac{(M-a) \cdot 100}{M}, \%. \quad (12.14)$$

(12.14)

**12.8.6** Для слабокарбонатных пород ведут пересчет содержания всех фракций с учетом содержания солей угольной кислоты по формулам

$$П_{1(\kappa)} = П_1 - \frac{П_1 \cdot \kappa}{100}, \%$$

(12.15)

$$П_{2(\kappa)} = П_2 - \frac{П_2 \cdot \kappa}{100}, \%$$

(12.16)

$$П_{3(\kappa)} = П_3 - \frac{П_3 \cdot \kappa}{100}, \%$$

(12.17)

(12.18)

$$П_{4(\kappa)} = П_4 - \frac{П_4 \cdot \kappa}{100}, \%$$

(12.19)

$$П_{5(\kappa)} = П_5 - \frac{П_5 \cdot \kappa}{100}, \%$$

(12.20)

$$E_{(\kappa)} = E - \frac{E \cdot \kappa}{100}, \%$$

(12.21)

$$D_{(\kappa)} = D - \frac{D \cdot \kappa}{100}, \%$$

где  $\kappa$  – содержание солей угольной кислоты (карбонатность), %

**12.8.6.1** В случае, когда нужно проанализировать фракционный состав только нерастворимого остатка, за 100 % принимают массу породы после ее обработки соляной кислотой и расчет ведут аналогично случаю с терригенными породами.

**12.8.7** Общее содержание глины в породе рассчитывают по формуле

$$Гл = П_2 + П_3 + П_4, \%. \quad (12.22)$$

**12.8.7.1** Для слабокарбонатных пород

$$Гл_{(\kappa)} = П_{2(\kappa)} + П_{3(\kappa)} + П_{4(\kappa)}, \%. \quad (12.23)$$

**12.8.8** Содержание алевролита в породе рассчитывают по формуле

$$Ал = П_1 + П_5, \%. \quad (12.24)$$

**12.8.8.1** Для слабокарбонатных пород

$$Ал_{(\kappa)} = П_{1(\kappa)} + П_{5(\kappa)}, \%. \quad (12.25)$$

**12.8.9** Содержание песка в породе соответствует величине  $E$  (для слабокарбонатных пород  $E_{(\kappa)}$ ).

**12.8.10** Содержание гравия и гравелита соответствует величине  $D$  (для слабокарбонатных пород  $D_{(\kappa)}$ ).

**12.8.11** Для каждого образца породы следует проводить по три определения с каждой пробы М (100 г). За окончательный принимается средний результат трех анализов, расхождения между которыми не превышают следующих величин:

- для терригенных пород по фракциям > 1.0 мм - 0,751 % абс

от 0.1 до 1.0 мм - 0,788 % абс

от 0.05 до 0.1 мм – 0,477 % абс

от 0.01 до 0.05 мм – 0,387 % абс

от 0.005 до 0.01 мм – 0,086 % абс

от 0.001 до 0.005мм – 0,099% абс

< 0.001 мм – 0,278% абс

## ТКП 17.04-42-2012

- для слабокарбонатных пород по фракциям > 1.0 мм – 0,417 %абс

от 0.1 до 1.0 мм – 0,410 %абс

от 0.05 до 0.1 мм – 0,215 %абс

от 0.01 до 0.05 мм – 0,116 %абс

от 0.005 до 0.01 мм – 0,056 %абс

от 0.001 до 0.005мм – 0,053 %абс

< 0.001 мм – 0,126 %абс

### 12.9 Оформление результатов определений

**12.9.1** Результаты определений оформляют записью в журнале по форме, приведенной в таблице 12.4.

**Таблица 12.4 – Оформление результатов измерений**

Дата	Наименование и номер скважины	Глубина отбора керна, м	Номер керна	Удельный вес породы, г/см <sup>3</sup>	Навеска абсолютно сухой породы, г
1	2	3	4	5	6

Содержание фракций породы, %							Суммарное содержание глинистых частиц, %	Подпись исполнителя
более 1,0 мм	1,0- 0,1 мм	0,1-0,05 мм	0,05- 0,01 мм	0,01- 0,005 мм	0,005- 0,001 мм	менее 0,001 мм		
7	8	9	10	11	12	13	14	15

**Приложение А**  
(справочное)

**Применяемые растворители**

**Таблица А.1 – Применяемые растворители**

Вещество	Химическая формула	ГОСТ, ТУ	Молекулярный вес	Температура кипения, °С	Пределы взрывоопасной концентрации паров в воздухе, %		Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>
					нижний	верхний	
Бензол	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	ГОСТ 5955	78,0	80,1	1,4	8,0	0,879
Толуол	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	ГОСТ 5789	92,1	110,62	1,27	7,0	0,867
М-Ксилол	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	ТУ 6-09-2438	106,2	138,35	1,0	7,6	0,8642
Четыреххлористый углерод	CCl <sub>4</sub>	ГОСТ 20288	158,2	76,75	не горит	не горит	1,593
Хлороформ	CHCl <sub>3</sub>	ТУ 6-09-4263	119	61,15	не горит	не горит	1,488
Этиловый спирт	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	ТУ 6-09-1710	46,07	78,39	3,28	19,0	0,794
Пропиловый спирт	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	ТУ 6-09-4344	60,01	97,2	2,5	9,2	0,804

**Приложение Б**  
(обязательное)

**Результаты измерений по определению коэффициента нефтевытеснения**

**Таблица Б.1 – Результаты измерений по определению коэффициента нефтевытеснения**

Номер образца
Наименование и номер скважины
Интервал-отбора-керна, м
Дата проведения опыта
Длина образца L, см
Диаметр-образца D, см
Площадь-фильтрации S, см <sup>2</sup>
Проницаемость-средняя K <sub>ср</sub> , мД
Пористость-открытая m, %
Емкость пор (начальное) E, см <sup>3</sup>
Объем-остаточной-воды V <sub>в.ост.</sub> , см <sup>3</sup>
Температура-окружающей-среды, °С
Влажность-окружающей-среды, %
Давление-атмосферное P <sub>о</sub> , МПа
Модель-нефти, керосин / нефть, %
Плотность-модели-нефти ρ <sub>н</sub> , г/см <sup>3</sup>
Вязкость-модели-нефти ν, мм <sup>2</sup> /с
Температура-в-КВД, °С
Давление-обжима-образца P <sub>обж</sub> , МПа
Время-прорыва, час-мин
Время-окончания-вытеснения, час-мин
Продолжительность-вытеснения, с
Давление-на-входе P <sub>вх</sub> , МПа
Давление-на-выходе P <sub>вых</sub> , МПа
Расход-вытесняющего-агента Q <sub>в</sub> , см <sup>3</sup>
Начальный-объем-нефти-в-образце V <sub>н</sub> , см <sup>3</sup>
Масса-вытесненной-нефти M, г
Объем-вытесненной-нефти V <sub>выт</sub> , см <sup>3</sup>
Коэффициент-вытеснения-нефти-водой β <sub>в</sub> , %
Скорость-вытеснения, м/сут

## Библиография

- [1] Методические рекомендации по исследованию пород-коллекторов нефти и газа физическими и петрофизическими методами. М., ВНИГНИ. 1978
- [2] Кодекс Республики Беларусь о недрах от 14 июля 2008 г. № 406-3
- [3] Котяхов Ф.И., Мельникова Ю.С. Инструкция по совместному и отдельному определению коэффициентов полной емкости пустот кавернозно-пористых пород. М.: ВНИИ, 1972, с.16
- [4] ТУ 25-2021.003-88 Лабораторные ртутные термометры
- [5] ТУ 6-09-1678-77 Фильтры обеззоленные белая лента
- [6] ТУ 4211-016-46526536-2005 Измерители-регуляторы 2ТРМ0, ТРМ1, 2ТРМ1, ТРМ10, ТРМ12
- [7] ТУ 6-09-945-86 Метилфиолетовый индикатор (метилфиолет) чистый для анализа. Технические условия
- [8] ТУ 6-09-3403-78 Бумага индикаторная лакмусовая красная
- [9] ТУ 6-09-2438-82 М-ксилол (м-диметилбензол) чистый и химически чистый
- [10] ТУ 6-09-4263-76 Хлороформ для хроматографии квалификации химически чистый
- [11] ТУ 6-09-1710-77 Этанол для хроматографии (этиловый спирт) химически чистый
- [12] ТУ 6-09-4344-77 Пропиловый спирт (Пропанол-1)
- [13] ОСТ 39-161-83 Нефть. Метод лабораторного определения абсолютной проницаемости коллекторов нефти и газа и вмещающих их пород
- [14] ОСТ 39-195-86 Нефть. Метод определения коэффициента вытеснения нефти водой в лабораторных условиях