

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GRM

中关村绿色矿山产业联盟团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

页岩核磁共振含水率测定技术规范

Technical specification for determination of water content in shale by nuclear magnetic resonance

（征求意见稿）

（本草案完成时间：2024 年 3 月）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中关村绿色矿山产业联盟 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 测试原理 1

5 仪器设备 2

6 岩样制备 2

7 试验方法 3

8 不确定性分析 6

9 试验报告 6

附录 A 7

前 言

本文件按照 GB/T1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中关村绿色矿山产业联盟提出并归口。

本标准起草单位：中国矿业大学（北京）、陕西延长石油（集团）有限责任公司、中国石油集团测井有限公司、苏州泰组测试服务有限公司、中国石油天然气股份有限公司勘探开发研究院、山东科技大学、中国石油化工股份有限公司石油勘探开发研究院。

本标准主要起草人：韩双彪、黄劼、华帅、乔钰、万永平、王振川、王缙、万金彬、何羽飞、白松涛、燕军、张军建、李剑、谢增业、杨春龙、芮宇润、刘宇、孟庆强、李沛、王晓波、田继先、国建英。

页岩核磁共振含水率测定技术规范

1 范围

本文件规定了页岩核磁共振含水率测定的测试原理、仪器设备、岩样制备、试验方法、不确定性分析和试验报告等。

本文件适用于页岩低场（磁场强度小于0.5T）核磁共振含水率测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 29172 岩心分析方法

SY/T 6490 岩样核磁共振参数实验室测量规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 T_2 谱 T_2 spectrum

核自旋系统内部交换能量引起的自旋—自旋弛豫时间，描述核磁化强度横向分量恢复过程的时间常数，也称横向弛豫时间。

3.2 水标样 water standard sample

样品水质量呈一定梯度的，已知水质量并具有相同弛豫性质的一组样品。

3.3 水质量定标 water quality calibration

利用标准样品确定计算核磁共振信号量与水质量之间的关系。

3.4 含水率 water content

页岩中水的质量与页岩烘干后的质量之比。

4 测试原理

低场核磁共振信号来源于样品中的H质子。岩心样品中的核磁信号来源为水中H质子和其他有机质等H质子。原样测试获得H质子的信号量，烘干样品测试获得去掉水中H质子的H质子的信号量。差值即样品中含水信号量。通过定标，含水量和核磁信号的强度成正比。已知核磁信号强度与含水量关系式，计算样品含水量。并通过烘干后质量，计算出含水率。低场核磁共振测量岩样孔渗饱使用常规的硬脉冲CPMG序列（Carr-Purcell-Meiboom-Gill），测得样品信号量以及T2弛豫时间谱图，见图1。

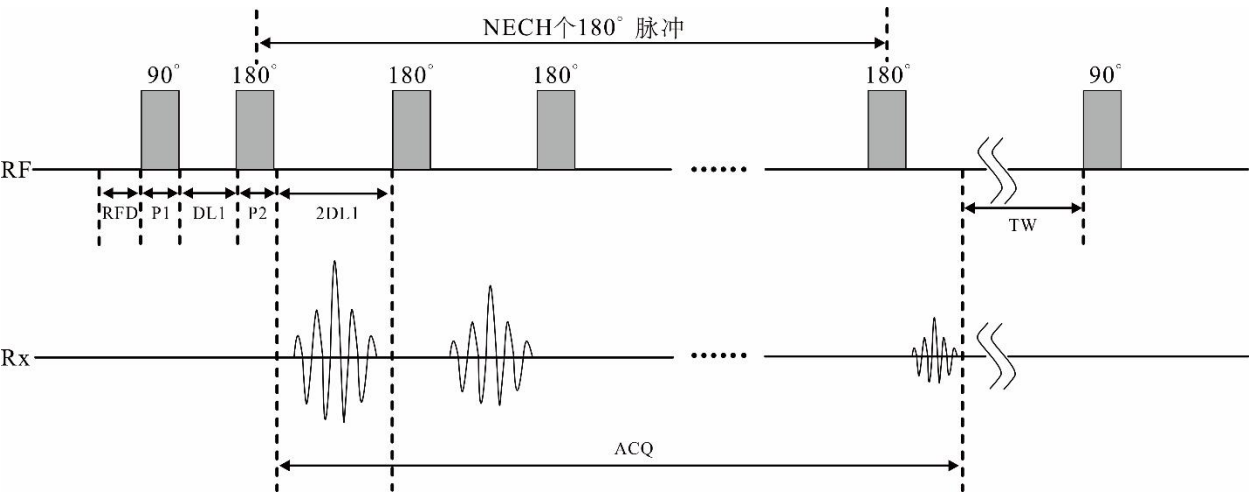


图1 硬脉冲 CPMG 序列图

5 仪器设备

5.1 试验仪器设备应包括岩样加工设备、低场核磁共振仪器和电子天平。

5.2 岩样加工设备

岩样加工设备宜包括岩样钻取机、切割机、磨平等。

5.3 低场核磁共振仪器

低场核磁共振仪器应符合 SY/T 6490 的规定。

5.4 电子天平

测量范围宜为 0g~200g，精度不应大于 0.0001g。

6 岩样制备

6.1 取样

a) 岩心取样应符合GB/T 29172的规定，露头取样可参照岩心取样标准执行。

b) 应根据需要获取不少于20g的柱塞样品，宜在岩心或露头上钻取直径为25mm、长度为40mm～50mm的柱塞样品。

6.2 岩样

6.2.1 岩样应具有代表性，岩样测量面应平坦光滑，且两平面保持平行，不得有裂纹等缺陷，并应保证在测试过程中样品完整性。

6.2.2 天然条件下岩石样品应按本文件 5.1 的规定取得，岩样疏松时，可采用热缩管套住岩样。

7 试验方法

7.1 试验条件

试验环境温度宜为 22℃~28℃，测定过程中应保持温度恒定。

7.2 试验准备

7.2.1 试验前，应连接设备，将低场核磁共振仪器启动，保持运行状态 24 小时以上，保证仪器磁体磁场稳定并正常运行，磁体温度应达到预定温度，偏差应小于 0.01℃。

7.2.2 试验前，应在仪器线圈中放入准备好的标准油样，进入操作界面，选择中文名称？FID 序列，点击单次采样，10 到 20 秒后停止采样，寻找中心频率 O1。

7.2.3 试验前，应寻找合适的 90° 脉宽 P1、180° 脉宽 P2。

7.2.4 测试参数应根据 CPMG 序列，按测试岩样种类及测试目的选取，宜采用下列测试参数：

重复采样间隔时间 TW=4000ms，模拟增益 RG1=20 db，数字增益 DRG1=2，前置放大增益 PRG=1，采样频率 SW=250kHz，回波个数 NECH= 6000~8000，回波时间 TE=0.1ms，累加采样次数 NS=32。

7.3 试验步骤

7.3.1 试验时，应根据试验要求选择硬件完整且工况良好的核磁共振设备及与岩心样品尺寸匹配的探头。

7.3.2 将准备好的待测岩样用玻璃试管等不含氢的非磁性容器装好，放入岩心室或样品室等测量腔中。岩样中心位置应位于磁场中心位置，在仪器操作界面测试 T_2 谱信号，将数据记录为含水状态信号，应连续测量3次，直至信号一致，并测量样品质量和体积，样品质量单位为g，精确到小数点后4位，样品体积单位为cm³，精确到小数点后2位。

7.3.3 将样品放入温控烘箱中烘干，温度为 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ ，持续烘干 24h 以上，至样品恒重，将烘干的样品迅速取出，置于干燥皿中冷却至室温后，对样品质量和体积测量，获得样品在完全烘干状态下的质量及体积。

7.3.4 将完全烘干的岩样装进测量腔中，测量样品完全烘干状态下 T_2 谱信号，应连续测量 3 次，直至信号一致。

7.4 数据处理

7.4.1 数据处理时，应选择测试得到的天然状态和完全烘干状态样品 T_2 谱数据对批量反演，迭代次数宜为 1000-10000。

7.4.2 操作界面应选择反演后的天然状态和完全烘干状态样品 T_2 谱数据，点击导出数据，选择保存位置，对原始数据保存。

7.4.3 数据整理时，应打开保存路径文件夹，对天然状态和完全烘干状态样品 T_2 谱数据整理。

7.5 定标及含水率计算

7.5.1 孔隙度标样应依次选取自由水含量不同的标样，宜选取规格为 0.5%、3%、10%、20%、30% 等 5~6 种标样在样品测试序列与参数条件下测试，得到该种参数下核磁信号与水质量的线性关系，线性拟合度应达到 99% 以上，得到下列拟合曲线公式：

$$y = Kx \quad (1)$$

式中：

K —单位体积水信号量与核磁信号量线型拟合斜率，无量纲。

7.5.2 样品中水的核磁信号量应按式计算：

$$T_{2\text{水}} = T_{2\text{原样}} - T_{2\text{烘干样}} \quad (2)$$

式中：

$T_{2\text{水}}$ ——样品中水核磁信号量，无量纲；

$T_{2\text{原样}}$ ——样品中水与有机质核磁信号量，无量纲；

$T_{2\text{ 烘干样}}$ ——样品中有机质核磁信号量，无量纲。

7.5.3 样品含水量应按下式计算：

$$m_w = \frac{T_{2\text{ 水}}}{K} \quad (3)$$

式中：

m_w ——样品中水含量，单位为克（g）；

$T_{2\text{ 水}}$ ——样品中水核磁信号量，无量纲；

K ——单位体积水信号量与核磁信号量线型拟合斜率，无量纲。

7.5.4 样品含水率应按下式计算：

$$W = \frac{m_w}{m_d} \quad (4)$$

式中：

W ——样品含水率，以百分数表示（%）；

m_w ——样品含水状态下水的质量，单位为克（g）；

m_d ——样品完全干燥状态下的质量，单位为克（g）。

7.6 试验事项

7.6.1 试验前应检查样品完整性。

7.6.2 岩样测试中在核磁线圈中的位置应保持固定，应控制在核磁线圈中央。

7.6.3 下列应用测试环境应在硬件以及质量测试合格后执行；

a) 环境温度：25℃±3℃，

b) 环境湿度：30%~70%；

c) 核磁共振分析软件；

d) 满足 220V 市电供应；

e) 仪器安装应远离热源，应牢固、无振动，且与墙面的距离大于 0.1m，与铁磁性物质的距离应大于 1m。仪器电路应相互绝缘，对机壳的绝缘电阻均不应小于 2MΩ，并装有漏电保护装置。

8 不确定性分析

8.1 不确定性应分析岩样组分、结构、流体性质对试验结果的影响，试样应具有代表性与一致性。

8.2 试验宜采用同一尺寸岩样。

8.3 岩样抽样应进行重复测量检测，抽样率应为 10%。抽样数不应小于 2 块，横向弛豫时间 T_2 的相对不确定度应小于 5%。

9 试验报告

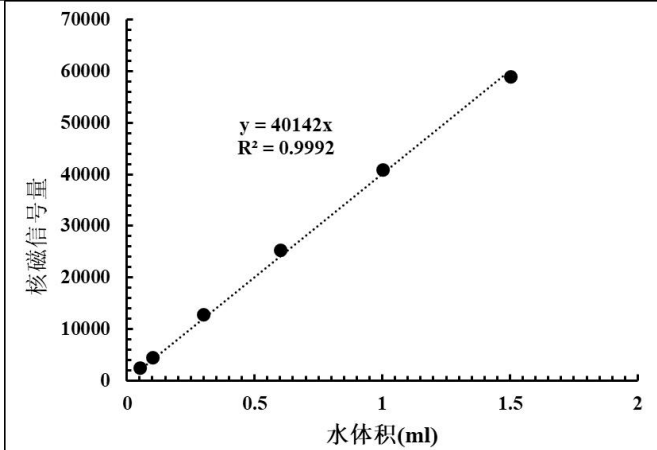
试验报告应包括下列内容：

- a) 岩样描述见附录A。
- b) 试验日期。
- c) 应注明试验温度，见附录A。
- d) 按规定格式报告试验结果。
- e) 影响试验结果的说明。

附录 A

（资料性） A.1 岩样信息及测试结果见表A.1。

表A.1 岩样信息及测试结果表

试样编号		岩心编号		地层组名	
井号/地理位置		深度 m		岩性	
送样日期		试验日期		试验温度℃	
长度 mm		直径 mm		体积 cm³	
试验名称			仪器设备		
样品天然含水状态质量 g			样品烘干状态质量 g		
样品天然含水状态 T ₂ 谱信号量			样品烘干状态 T ₂ 谱信号量		
K 值			含水量 g		
含水率%					
试验执行标准					
其他说明					
水样定标测试 T ₂ 谱图					
含水率实验测试 T ₂ 谱图	