

ICS 75.020
E 14
备案号：58272—2017

NB

中华人民共和国能源行业标准

NB/T 14022—2017

页岩水敏性评价推荐做法

Water sensitivity evaluation of shale

2017—03—28 发布

2017—08—01 实施

国家能源局 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 页岩岩样制备	1
4.1 岩样采集	1
4.2 岩样清洗	1
4.3 岩样烘干	1
4.4 岩粉制备	1
5 毛细管吸收时间实验（CST 实验）	2
5.1 仪器	2
5.2 测试方法	2
5.3 数据处理	3
5.4 CST 页岩水敏程度评价指标	3
6 页岩膨胀实验	3
6.1 仪器	3
6.2 测试方法	4
6.3 数据处理	4
6.4 页岩线性膨胀水敏程度评价指标	4
附录 A（资料性附录）毛细管吸收时间实验装置图	5
附录 B（资料性附录）页岩膨胀实验流程简图	6

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由能源行业页岩气标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油西南油气田分公司工程技术研究院、中国石油西南油气田分公司天然气研究院、中国石油勘探开发研究院廊坊分院、中国石油化工股份有限公司石油工程技术研究院、中国石油化工股份有限公司江汉油田分公司采油工艺研究院、中国石油化工股份有限公司华东分公司石油勘探开发研究院、中国石油集团钻井工程技术研发院钻井液研究所。

本标准主要起草人：闵建、黄玲、杨建、彭钧亮、田国荣、吴文刚、王海涛、黄亚杰、徐辉、张洁。

页岩水敏性评价推荐做法

1 范围

本标准规定了页岩水敏性评价方法及评价指标。

本标准适用于工作液对页岩气储层岩心的水敏性评价。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 29172 岩心分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

CST 值 capillary suction time value

工作液体与页岩粉配成的浆液渗过 CST 标准滤纸 0.5cm 所需的时间，单位为秒（s）。

3.2

CST 比值 capillary suction time ratio

工作液 b_w 值与 2%KCl 溶液 b_k 值的比值。

4 页岩岩样制备

4.1 岩样采集

页岩样品选用岩心或钻屑。采集的页岩样品应标明岩样的井号、井深、层位、地层温度。

4.2 岩样清洗

岩样清洗按照 GB/T 29172 的清洗要求执行。

4.3 岩样烘干

烘干条件应按 GB/T 29172 的烘干要求执行。制作好的岩样存放超过一周时间的，实验前应再次烘干，烘干时间应不小于 4h。

4.4 岩粉制备

将烘干的岩样粉碎，用 150 μm 标准筛筛选，收集通过标准筛的岩粉存于广口瓶中备用。

5 毛细管吸收时间实验 (CST 实验)

5.1 仪器

毛细管吸收时间实验相关实验仪器及材料如下：

- a) 毛细管吸收时间测试仪：分辨力 0.1s；
- b) 恒速搅拌仪：要求具备 5700r/min 档位；
- c) 天平：感量 0.001g；
- d) 秒表：分辨力 0.1s；
- e) 250mL 量筒：最小分度 2mL；
- f) 10mL 注射器：最小分度 0.1mL；
- g) 150 μm 标准筛：遵循 GB/T 6003.1。

实验装置图参见附录 A。

5.2 测试方法

5.2.1 岩粉测量

称取岩粉 ($15\text{g} \pm 0.1\text{g}$) / 份若干份。

5.2.2 仪器准备

连接设备，接通电源，预热 15min。

5.2.3 滤纸安装

在测试台底座上依次放上 CST 标准滤纸、带电极测试板、圆柱漏斗，确保电极、漏斗与滤纸接触充分。

5.2.4 制备岩粉浆液

将岩粉倒入恒速搅拌仪，量取 100mL 待测工作液与之混合，在 5700r/min 速度下剪切 20s。

5.2.5 测试浆液 CST 值

使用注射器吸取 3mL 浆液，注入圆柱漏斗中，记录 CST 值。

5.2.6 测试不同剪切时间的 CST 值

将剩余浆液在 5700r/min 速度下，再剪切 60s 测定其 CST 值，而后再将剩余浆液在相同条件下继续剪切 120s 测试 CST 值。

5.2.7 2%KCl 溶液对比实验

重复 5.2.3 ~ 5.2.6 测试 2%KCl (质量分数) 溶液与岩粉制成浆液的 CST 值。

5.2.8 相同岩粉及工作液实验

相同岩粉及工作液应至少进行三组实验，在相同剪切时间下各组实验测得的 CST 值偏差超过 10% 时，应增加实验组数；待测工作液黏度应小于 $5\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。

5.3 数据处理

5.3.1 线性拟合分析

以剪切时间为 x 轴, 对应的 CST 值为 y 轴绘制线性拟合直线, 并求得公式 (1) 所示线性拟合方程。

式中：

y —CST 值, 单位为秒 (s);

m —斜率，反应页岩在溶液中的分散速度；

x —剪切时间, 单位为秒 (s)

b ——纵截距，反应瞬时分散的胶体粒子量，即 b 值。

5.3.2 计算 CST 比值

CST 比值作为敏感程度的评价指标（见表 1），按公式（2）进行计算。

$$C \equiv b_w / b_k \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

C—CST 比值，量纲为一。

b_w —工作液的 b 值, 单位为秒 (s) ;

b_k —2%KCl 溶液的 b 值，单位为秒 (s)。

5.4 CST 页岩水敏程度评价指标

CST 比值大小对应页岩水敏程度等级见表 1。

表 1 CST 页岩水敏性程度评价指标

表 2-3-1 矿石可选性及评价指标

C (CST 比值)	敏感程度
$C \leq 0.5$	无
$0.5 < C \leq 1.0$	弱
$1.0 < C \leq 1.2$	中等偏弱
$1.2 < C \leq 1.5$	中等偏强
$C > 1.5$	强

6 页岩膨胀实验

6.1 仪器

高温高压页岩膨胀实验仪：包括主机、控制计算机和压力制样机全套设备。计量器具要求：压力传感器，分辨力 0.1 MPa ；温度传感器，分辨力 0.1°C ；位移传感器，分辨力 0.01 mm 。实验流程简图参见附录 B。

6.2 测试方法

6.2.1 岩样制备

将线性膨胀测量筒装满岩粉放入制样筒，以匀速加压至 4MPa，稳压 5min。制得岩饼留于线性膨胀测量筒中备用。

6.2.2 设备预热

接通电源，打开设备控制面板开关，开启控制计算机，预热 15min。

6.2.3 工作液预热

向溶液储罐中加入 500mL 待测工作液，打开储罐加热开关，设定温度至实验温度。

6.2.4 位移传感器安装

将制备好岩饼的测量筒放入测试室，装好位移传感器。

6.2.5 吸液膨胀

将工作液加入测试室，启动控制软件，记录位移初始值；开启加温开关，升温至实验温度；接通加压氮气流程，以小于 0.1 MPa/s 的速度增压至实验压力；应确保实验过程中温度、压力恒定。

6.2.6 结束实验

数据采集 16h 后，停止采集数据，导出实验数据。

6.3 数据处理

按公式(3)计算实验16h页岩线性膨胀率,评价指标见表2。

$$V = (H - H_0) / H_0 \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

V ——时间 t 时页岩的线性膨胀率, 用百分数表示;

H —时间 t 时岩样高度, 单位为毫米 (mm);

H_0 ——岩样初始高度，单位为毫米（mm）。

6.4 页岩线性膨胀水敏程度评价指标

线性膨胀率大小对应页岩水敏程度等级见表 2。

表 2 岩石线性膨胀水敏程度评价指标

V_t , % (页岩的线性膨胀率)	敏感程度
$V_t \leq 3.0$	弱
$3.0 < V_t \leq 4.0$	中等偏弱
$4.0 < V_t \leq 6.0$	中等偏强
$V_t > 6.0$	强

6.2 测试方法

6.2.1 岩样制备

将线性膨胀测量筒装满岩粉放入制样筒，以匀速加压至 4MPa，稳压 5min。制得岩饼留于线性膨胀测量筒中备用。

6.2.2 设备预热

接通电源，打开设备控制面板开关，开启控制计算机，预热 15min。

6.2.3 工作液预热

向溶液储罐中加入 500mL 待测工作液，打开储罐加热开关，设定温度至实验温度。

6.2.4 位移传感器安装

将制备好岩饼的测量筒放入测试室，装好位移传感器。

6.2.5 吸液膨胀

将工作液加入测试室，启动控制软件，记录位移初始值；开启加温开关，升温至实验温度；接通加压氮气流程，以小于 0.1 MPa/s 的速度增压至实验压力；应确保实验过程中温度、压力恒定。

6.2.6 结束实验

数据采集 16h 后，停止采集数据，导出实验数据。

6.3 数据处理

按公式(3)计算实验16h面岩线性膨胀率,评价指标见表2。

$$V = (H - H_0) / H_0 \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

V ——时间 t 时页岩的线性膨胀率, 用百分数表示;

H —时间 t 时岩样高度, 单位为毫米 (mm);

H_0 —岩样初始高度, 单位为毫米 (mm)。

6.4 页岩线性膨胀水敏程度评价指标

线性膨胀率大小对应页岩水敏程度等级见表 2。

表 2 页岩线性膨胀水敏程度评价指标

V_t , % (页岩的线性膨胀率)	敏感程度
$V_t \leq 3.0$	弱
$3.0 < V_t \leq 4.0$	中等偏弱
$4.0 < V_t \leq 6.0$	中等偏强
$V_t > 6.0$	强

6.2 测试方法

6.2.1 岩样制备

将线性膨胀测量筒装满岩粉放入制样筒，以匀速加压至 4MPa，稳压 5min。制得岩饼留于线性膨胀测量筒中备用。

6.2.2 设备预热

接通电源，打开设备控制面板开关，开启控制计算机，预热 15min。

6.2.3 工作液预热

向溶液储罐中加入 500mL 待测工作液，打开储罐加热开关，设定温度至实验温度。

6.2.4 位移传感器安装

将制备好岩饼的测量筒放入测试室，装好位移传感器。

6.2.5 吸液膨胀

将工作液加入测试室，启动控制软件，记录位移初始值；开启加温开关，升温至实验温度；接通加压氮气流程，以小于 0.1 MPa/s 的速度增压至实验压力；应确保实验过程中温度、压力恒定。

6.2.6 结束实验

数据采集 16h 后，停止采集数据，导出实验数据。

6.3 数据处理

按公式(3)计算实验16h页岩线性膨胀率,评价指标见表2。

$$V = (H - H_0) / H_0 \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

V ——时间 t 时页岩的线性膨胀率, 用百分数表示;

H —时间 t 时岩样高度, 单位为毫米 (mm);

H_0 ——岩样初始高度，单位为毫米（mm）。

6.4 页岩线性膨胀水敏程度评价指标

线性膨胀率大小对应页岩水敏程度等级见表 2。

表 2 页岩线性膨胀水敏程度评价指标

V_t , % (页岩的线性膨胀率)	敏感程度
$V_t \leq 3.0$	弱
$3.0 < V_t \leq 4.0$	中等偏弱
$4.0 < V_t \leq 6.0$	中等偏强
$V_t > 6.0$	强