

УДК 681.2.088:550.822.3

Ю. Л. Иванов, С. С. Сошин

ИЗМЕРЕНИЕ ВРЕМЕН ПОПЕРЕЧНОЙ РЕЛАКСАЦИИ НА РЕЛАКСОМЕТРЕ “ЭКСПО-КЕРН”. МЕТОДЫ ТЕСТИРОВАНИЯ ЯМР-РЕЛАКСОМЕТРОВ

Рассмотрены вопросы точности измерения времен релаксации на ЯМР-релаксометре, разработанном в ООО “Нефтегазгеофизика”. Представлен материал, характеризующий метрологические характеристики устройства. Описаны эксперименты, пригодные для тестирования аппаратуры подобного класса.

Ключевые слова: ядерно-магнитный резонанс, релаксометрия, поперечная релаксация, спин-спиновая релаксация, исследования керна.

Ориентированные на исследование горных пород ЯМР-релаксометры осуществляют регистрацию сигнала ядерно-магнитного резонанса (ЯМР) от водородсодержащих флюидов исследуемого образца. Зависимость такого сигнала от времени имеет характер релаксации и, как показано в [4, 8], может быть разложена на совокупность отдельных экспоненциальных релаксаций, каждая из которых обусловлена порами определенного размера. Следовательно, разложение сигнала на слагающие его экспоненты позволяет перейти к распределению пор по размерам, а затем к оценке фильтрационно-емкостных свойств (ФЕС) исследуемого материала. Очевидно, что аппаратура, предназначенная для регистрации такого сигнала ЯМР, должна с достаточной точностью фиксировать его экспоненциальные составляющие во всем диапазоне времен релаксаций, характерном для горных пород. Этот диапазон простирается от десятых долей миллисекунд до нескольких секунд. Времена $< 3 \text{ мс}$ соответствуют глинам, $3\text{--}30 \text{ мс}$ – капиллярно-связанной воде, $> 30 \text{ мс}$ дают эффективную пористость, а порядка 1 с соответствуют кавернам.

В настоящей работе рассмотрена корректность измерения времен релаксации на ЯМР-релаксометре “Экспо-Керн”. Описанные в работе эксперименты могут рассматриваться как необходимые элементы тестирования аналогичной аппаратуры.

Релаксометр “Экспо-Керн” разработан в ООО “Нефтегазгеофизика” и в настоящее время проходит опытную эксплуатацию. Устройство предназначено для регистрации релаксации ядер водорода в образцах

горных пород методом Карра–Парселла–Мейбума–Гилла (КПМГ) и обладает следующими техническими характеристиками:

стatische магнитное поле 280 Гс;
 рабочая частота ≈ 1200 кГц;
 температура исследования 30–60 °C;
 градиент магнитного поля
 в зоне исследования 0,4; 10; 20 Гс/см;
 минимальная раздвижка (T_E) 0,3 мс;
 число сигналов эха до 8000;
 зона исследования цилиндр ($h = 35$ мм, $\varnothing = 30$ мм).
 Внешний вид установки показан на рис. 1.

Метод измерения КПМГ [6, 7] состоит в регистрации последовательности сигналов спинового эха, возбуждаемых когерентной

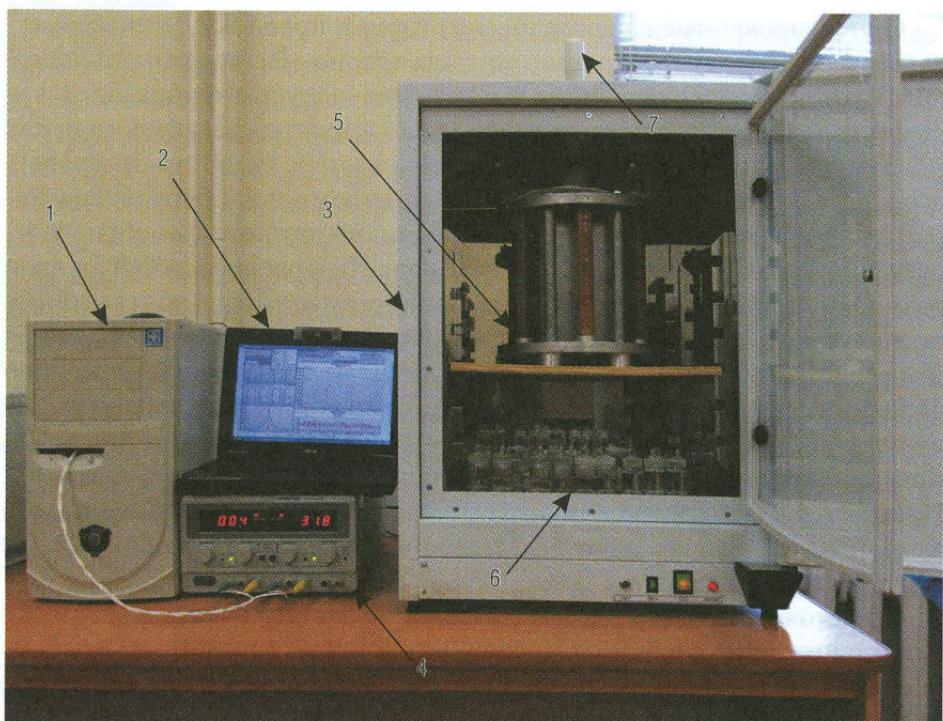


Рис. 1. Релаксометр “Экспо-Керн”, опытный образец: 1 – системный блок; 2 – управляющий компьютер; 3 – термостат; 4 – источник питания генератора; 5 – магнитная система; 6 – отсек термостата для образцов; 7 – кернодержатель

последовательностью радиочастотных импульсов, период следования которых (далее раздвижка) равен T_E . Метод нацелен на измерение поперечной (или спин-спиновой) релаксации. Для однородных веществ в большом объеме этот процесс характеризуется временем T_2 , а зависимость выходного сигнала релаксометра от времени имеет вид

$$s(t) = K \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right), \quad (1)$$

где K – коэффициент, пропорциональный количеству протонов в образце; T_2 – время поперечной релаксации.

Непосредственная оценка погрешностей релаксометра на длинных временах релаксации затруднена из-за проблем с эталонными образцами. Сложно изготовить образцы, имеющие заранее определенные времена T_2 порядка нескольких секунд. При таких временах даже незначительные примеси парамагнетиков (в том числе кислорода из атмосферы) приводят к существенным изменениям T_2 [1]. Однако прибор можно протестировать косвенным методом, в основе которого лежит измерение T_2 на разных раздвижках T_E . Из теории ядерно-магнитного резонанса следует, что в однородной жидкости время поперечной релаксации T_2 , определенное в эксперименте КПМГ, связано с T_E следующим уравнением [6]:

$$\frac{1}{T_2} = \frac{1}{T_{bulk}} + \frac{D(\gamma G)^2}{12} T_E^2, \quad (2)$$

где D – коэффициент самодиффузии исследуемого флюида; T_{bulk} – время объемной релаксации; γ – гиромагнитное отношение протонов; G – градиент статического магнитного поля.

Из уравнения (2) следует, что зависимость обратного времени релаксации от квадрата раздвижки должна иметь вид прямой линии, наклон которой определяется коэффициентом самодиффузии исследуемого вещества и градиентом статического поля. На основе этого уравнения может быть построена методика аттестации релаксометров, основанная на измерении зависимости T_2 от раздвижки T_E в градиентном поле на образцах различных жидкостей с разной, но известной диффузией. Совокупность полученных таким образом данных можно рассматривать как нелинейную регрессию между T_2 и квадратом T_E при известных значениях D . Коррелируемыми величинами будут T_{bulk} , свои для каждой из жидкостей, и градиент G , значение которо-

го определяется только геометрией магнитной системы прибора и, следовательно, должно быть одинаковым для всех образцов. Статистическая обработка результатов методами регрессионного анализа позволяет определить T_{bulk} и G , а также их погрешности. Разброс T_2 вокруг значений, предсказываемых уравнением (2), даст оценку повторяемости измерений.

Отметим, что описанный эксперимент является не столько методом оценки ошибок аппаратуры, сколько представляет собой достаточно широкий тест аппаратуры на соответствие измеряемых значений физической сути явления поперечной релаксации в ЯМР. Это следует из уравнения (2), объединяющего в себе как свойства исследуемого материала, так и инструментальные характеристики испытуемой аппаратуры.

Экспериментальные данные, полученные на релаксометре "Экспо-Керн", по зависимости измеренного времени релаксации от раздвижки приведены на рис. 2. Исследования проводились на трех веществах: бензоле, н-гексане и толуоле, которые обладают длинными временами поперечной релаксации и существенно отличаются друг от друга по самодиффузии. Экспериментальные данные для каждого из образцов регистрировались в два этапа с промежутком в 20 дней. Статистическая обработка всей совокупности полученных значений T_2 дала следующие результаты (табл. 1).

Таблица 1
Результаты эксперимента по определению G и T_{bulk}

Вещество	Время T_{bulk} , с	Градиент G , Гс/см	СКО T_2 , мс
Толуол ($C_6H_5-CH_3$)	2,8	$0,40 \pm 0,02$	± 2
Н-гексан (C_6H_{14})	2,9	$0,40 \pm 0,01$	± 2
Бензол (C_6H_6)	4,0	$0,40 \pm 0,03$	± 3

Все среднеквадратичные отклонения (СКО) в табл. 1 определены с уровнем доверительной вероятности 95%. Высокая точность определения градиента указывает на корректность проведенных экспериментов и, соответственно, на корректность работы аппаратуры. Действительно, если бы рассчитанный градиент имел высокую погрешность, то это указывало бы на несовместность измерений,

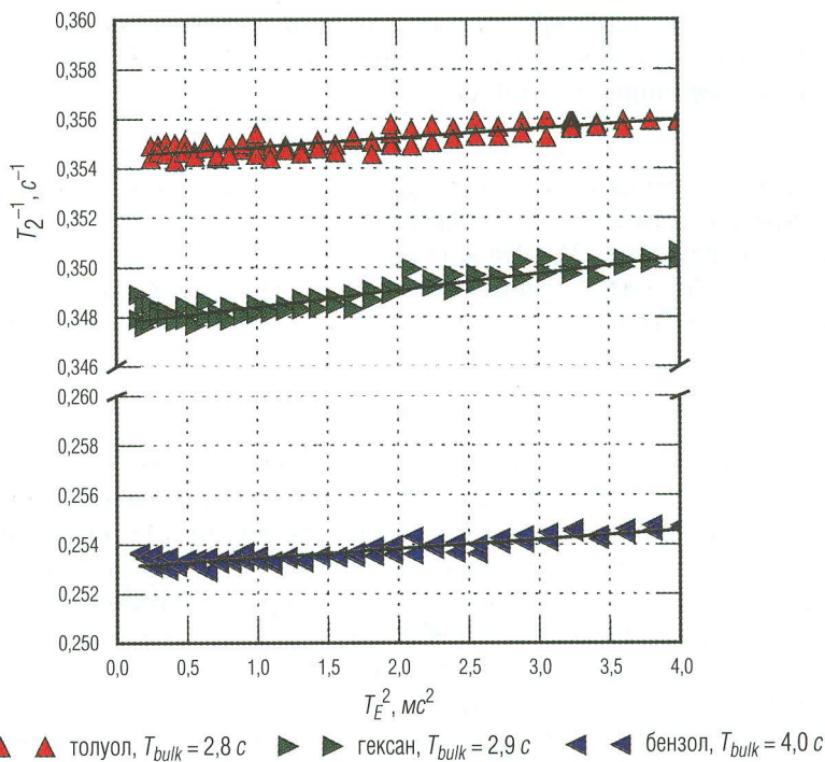


Рис. 2. Зависимость обратного времени релаксации (T_2) от квадрата раздвижки (T_E^2). T_{bulk} – время объемной релаксации. Треугольники – экспериментальные данные; сплошные линии – линейные приближения экспериментальных данных. Измерения проведены при 30°C

выполненных на веществах с разной диффузией, а следовательно, на дефект измерительной системы. Среднее квадратичное отклонение измеренных времен T_2 не превышает $\pm 3 \text{ ms}$, что указывает на хорошую повторяемость экспериментов. Таким образом, времена T_2 , принадлежащие к длинной части спектра, оказываются охваченными разработанным релаксометром.

Для оценки работоспособности аппаратуры на коротких временах использовалась серия водных растворов, содержащих парамагнитные ионы. Изменяя концентрацию таких ионов, несложно получить ряд растворов, времена релаксации которых соотносятся в заранее определенной пропорции [1–3, 5]. Если времена релаксации раствора

существенно меньше времени релаксации чистой жидкости, то при фиксированной температуре для двух растворов *A* и *B* одноименных ионов справедливо соотношение

$$C_A T_{2A} = C_B T_{2B}, \quad (3)$$

где C_A и C_B – молярные концентрации парамагнитных ионов; T_{2A} и T_{2B} – времена поперечной релаксации для растворов *A* и *B* соответственно. Выражение (3) справедливо в широких пределах концентраций. Из уравнения (1) с учетом уравнения (3) следует, что поперечная релаксация раствора с концентрацией C_A описывается уравнением

$$s(t) = K \exp\left(-\frac{t}{T_{2B}} \frac{C_A}{C_B}\right), \quad (4)$$

при выводе которого сделано предположение об одинаковом значении K во всех исследуемых образцах. При такой форме записи раствор *B* можно рассматривать как опорный. Уравнение (4) позволяет построить методику аттестации релаксометров, в основе которой лежит измерение релаксационных кривых в растворах разной концентрации, один из которых принят за опорный. Статистически результаты такого испытания можно рассматривать как нелинейную регрессию (с параметрами K и T_{2B}) между сигналом $s(t)$ и величиной tC_A/C_B . Методы регрессионного анализа позволяют рассчитать из этой зависимости как времена релаксации каждого из растворов (равны $T_{2B}C_B/C_A$), так и погрешности их определения.

В настоящем исследовании на раздвижке (T_E) 0,35 мс были проведены измерения трех водных растворов MnCl_2 , в которых молярные концентрации ионов Mn^{++} составляли $9,1 \cdot 10^{-2}$; $9,1 \cdot 10^{-3}$ и $9,1 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Результаты измерений приведены на рис. 3.

Статистическая обработка данных для трех исследованных растворов дала следующие результаты (табл. 2).

Таблица 2
Значения времени T_2 для растворов MnCl_2 различной концентрации

Концентрация С, моль/л	Время T_2 , мс
$9,1 \cdot 10^{-2}$	$30,00 \pm 0,04$
$9,1 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \pm 0,05$
$9,1 \cdot 10^{-4}$	$0,30 \pm 0,16$

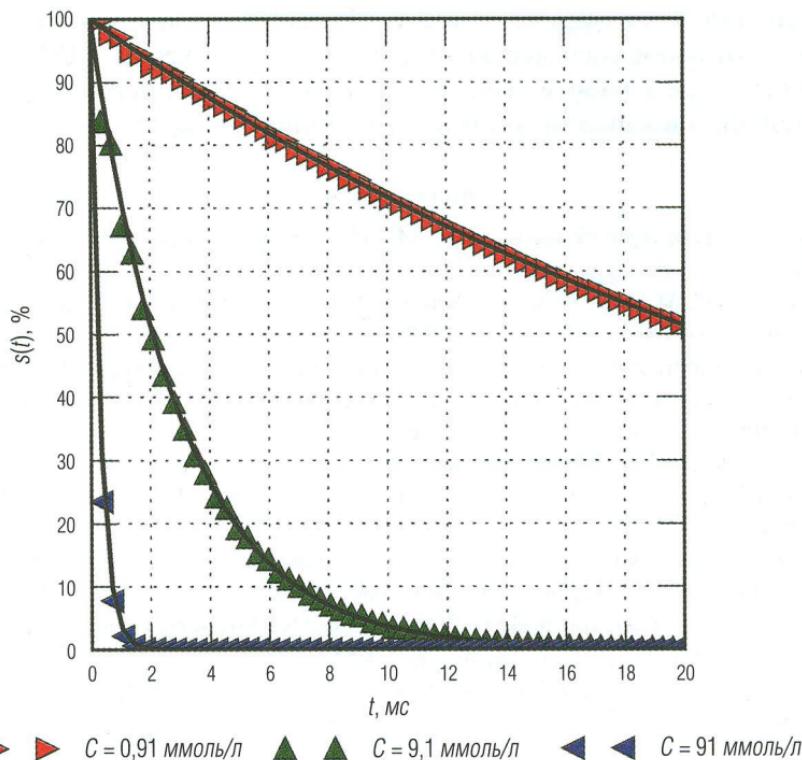


Рис. 3. Релаксационные кривые для растворов $MnCl_2$ в воде ($T_E = 0,35 \text{ мс}$): $s(t)$ – сигнал в процентах от амплитуды K (формула (4)); t – время; C – молярные концентрации растворов. Треугольники – экспериментальные точки, сплошные линии – уравнения регрессии. Измерения проведены при 30°C

Указанные погрешности определены по уровню доверительной вероятности 95%. Из полученных результатов видно, что аппаратура позволяет регистрировать релаксации с короткими временами вплоть до $T_2 \sim 0,3 \text{ мс}$. Относительно большая погрешность для раствора $9,1 \cdot 10^{-2} \text{ моль/л}$ обусловлена в первую очередь малым числом точек со значимой амплитудой на коротком T_2 (рис. 3), что приводит к большому значению коэффициента Стьюдента, определяющего доверительный интервал.

Таким образом, совокупность статистических данных, полученных в экспериментах на различных образцах, показала, что релаксометр “Экспо-Керн” корректно измеряет времена поперечной релаксации

T_2 в диапазоне от ~0,3 до ~1000 мс. Регистрируемые установкой зависимости хорошо согласуются с расчетами по теории ЯМР.

Описанные в работе эксперименты могут быть рекомендованы к применению в качестве тестов аналогичной аппаратуры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Абрагам А. Ядерный магнетизм. М.: Изд. иностранной литературы, 1963. С. 302–307.
2. Аксельрод С. М., Неретин В. Д. Ядерный магнитный резонанс в нефтегазовой геологии и геофизике. М.: Недра, 1990. С. 69.
3. Лёшие А. Ядерная индукция. М.: Изд. иностранной литературы, 1963. С. 307.
4. Мурцовкин В. А. Использование мультирешеточной капиллярной модели для расчета проницаемости по данным ядерного магнитного резонанса // Коллоидный журнал. 2009. Т. 71. № 5. С. 685–692.
5. Чижик В. И. Ядерная магнитная релаксация. СПб.: Изд. Санкт-Петербургского университета, 2004. С. 241.
6. Dunn K.-J., Bergman D. J., LaTorra G. A. Nuclear Magnetic Resonance. Petrophysical and Logging Applications. New York: Pergamon, 2002. P. 26–94.
7. Meiboom S., Gill D. Modified SpinEcho Method for Measuring Nuclear Relaxation Times // Rev. Sci. Instrum. 1958. № 29. P. 688.
8. Straley C., Rossinia D., Vinegarb H. et al. Core Analysis by Low-Field NMR // The Log Analyst. 1997. Vol. 38. № 2. P. 84–94.

УДК 621.317:550.832

С. Р. Усманов

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ ПОКАЗАНИЙ ДАТЧИКОВ ЛИНЕЙНОГО ПЕРЕМЕЩЕНИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ РАБОТЫ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 250 °С

Представлены результаты исследования датчиков токовихревого, резистивного и индукционного типов для использования в скважинной аппаратуре, эксплуатирующейся при температуре до 250 °С.

Ключевые слова: скважина, датчик перемещения, каверномер, профилемер, высокая температура.