# УДК 519.6, 532.5 МРНТИ 27.41, 30.17

DOI: https://doi.org/10.54859/kjogi108669

Получена: 15.09.2023. Одобрена: 20.10.2023. Опубликована: 30.12.2023.

# Оригинальное исследование

# Экспериментальное изучение растворения карбонатных образцов с применением рентгеновской микрокомпьютерной томографии

# Д.А. Болысбек<sup>1,3</sup>, А.Б. Кульджабеков<sup>1,2</sup>, Б.Е. Бекбау<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Satbayev University, г. Алматы, Казахстан <sup>2</sup>КВТU BIGSoft, г. Алматы, Казахстан <sup>3</sup>Казахский национальный университет имени аль-Фараби, г. Алматы, Казахстан

# АННОТАЦИЯ

Обоснование. Исследование взаимодействия соляной кислоты с карбонатными материалами имеет важное значение в нефтегазовой промышленности. Карбонатные породы являются распространенными типами горных пород, и половина всех запасов нефти по всему миру находится в карбонатных месторождениях. Понимание механизмов и особенностей растворения карбонатных пород имеет важное практическое значение при добыче углеводородов и закачке углекислого газа в пласты.

**Цель.** Целью настоящей статьи является изучение процессов растворения карбонатных образцов в лабораторных условиях с применением рентгеновской микрокомпьютерной томографии.

**Материалы и методы.** В исследовании были использованы 5 цилиндрических карбонатных образцов, которые были испытаны во время закачки растворов соляной кислоты, а также дополнительные экспериментальные и цифровые данные 8 образцов. Трехмерное поровое пространство образцов было получено с помощью специализированного программного обеспечения на основе томографических изображений.

Результаты. Полученные результаты демонстрируют значимость применения рентгеновской компьютерной томографии для более глубокого понимания процессов растворения в геологических и инженерных исследованиях. Исследование подчеркнуло сложность процесса растворения породы, который зависит от множества факторов. Созданные трёхмерные модели образцов позволили визуализировать червоточины, включая разветвлённые и доминантные червоточины. 3D визуализация предоставила ценную информацию об изменениях поровой структуры образцов до и после воздействия кислоты.

Заключение. Результаты данного исследования подчеркивают важность учёта физических и структурных свойств при анализе процессов растворения карбонатных образцов. Эти данные могут иметь практическое применение в нефтегазовой индустрии, способствуя более точному пониманию и оптимизации процессов взаимодействия кислотных растворов с карбонатными образцами.

Ключевые слова: карбонатные образцы, рентгеновская микрокомпьютерная томография, пористая структура, проницаемость.

#### Как цитировать:

Болысбек Д.А., Кульджабеков А.Б. Бекбау Б.Е. Экспериментальное изучение растворения карбонатных образцов с применением рентгеновской микрокомпьютерной томографии // Вестник нефтегазовой отрасли Казахстана. 2023. Том 5, №4. С. 92–106. DOI: https://doi.org/10.54859/kjogi108669.

# UDC 519.6, 532.5 CSCSTI 27.41, 30.17

DOI: https://doi.org/10.54859/kjogi108669

Received: 15.09.2023. Accepted: 20.10.2023. Published: 30.12.2023.

# Original article

# Experimental study of carbonate samples dissolution using X-ray microcomputer-based tomography

# Darezhat A. Bolysbek<sup>1,3</sup>, Alibek B. Kuljabekov<sup>1,2</sup>, Bakbergen Ye. Bekbau<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Satbayev University, Almaty, Kazakhstan <sup>2</sup>KBTU BIGSoft, Almaty, Kazakhstan <sup>3</sup>Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

# ABSTRACT

**Background:** The study of the interaction of hydrochloric acid with carbonate materialsis important in the oil and gas industry. Carbonate rocks are common rock types, and half of all petroleum reserves worldwide are found in carbonate deposits. Understanding the mechanisms and characteristics of dissolution of carbonate rocks is of great practical importance in the production of hydrocarbons and the injection of carbon dioxide into formations.

**Aim:** The purpose of this article is to study the dissolution processes of carbonate samples in laboratory conditions using X-ray microcomputer-based tomography.

**Materials and methods:** The study used 5 cylindrical carbonate samples, which were tested during the injection of hydrochloric acid solutions. Additional experimental and digital data from 8 samples are also used. The three-dimensional pore space of the samples was obtained using specialized software based on tomographic images.

**Results:** The results obtained demonstrate the significance of the use of X-ray computed tomography for a deeper understanding of dissolution processes in geological and engineering studies. The study highlighted the complexity of the rock dissolution process, which depends on many factors. The created three-dimensional models of the samples allowed us to visualize wormholes, including branched and dominant wormholes. 3D imaging provided valuable information about changes in the pore structure of the samples before and after acid exposure.

**Conclusion:** The results of this study highlight the importance of considering physical and structural properties when analyzing dissolution processes in carbonate samples. These data can have practical applications in the oil and gas industry, contributing to a more accurate understanding and optimization of the processes of interaction of acid solutions with carbonate samples.

*Keywords:* carbonate samples, X-ray microcomputer-based tomography, porous structure, permeability.

# To cite this article:

Bolysbek DA, Kuljabekov AB, Bekbau BY. Experimental study of carbonate samples dissolution using X-ray microcompur-based tomography. *Kazakhstan journal for oil & gas industry.* 2023;5(4):92–106. DOI: https://doi.org/10.54859/kjogi108669.

# ӘОЖ 519.6, 532.5 ҒТАХР 27.41, 30.17

DOI: https://doi.org/10.54859/kjogi108669

Қабылданды: 15.09.2023. Мақұлданды: 20.10.2023. Жарияланды: 30.12.2023.

# Түпнұсқа зерттеу

# Рентгендік микрокомпьютерлік томография көмегімен карбонат үлгілерінің еруін эксперименталды зерттеу

# Д.Ә. Болысбек<sup>1,3</sup>, А.Б. Кульджабеков<sup>1,2</sup>, Б.Е. Бекбау<sup>1</sup>

¹Satbayev University, Алматы қаласы, Қазақстан ²KBTU BIGSoft, Алматы қаласы, Қазақстан ³Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Алматы қаласы, Қазақстан

# АННОТАЦИЯ

**Негіздеу.** Тұз қышқылының карбонатты жыныстармен әрекеттесуін зерттеудің мұнайгаз өнеркәсібінде маңызы зор. Карбонатты тау жыныстары кең таралған тау жыныстары болып табылады және дүние жүзіндегі барлық мұнай қорының жартысы карбонатты кен орындарында кездеседі. Көмірсутектерді өндіруде және қабаттарға көмірқышқыл газын айдау кезінде карбонатты жыныстардың еру механизмдері мен сипаттамаларын түсінудің практикалық маңызы зор.

**Мақсаты.** Бұл мақаланың мақсаты – рентгендік микрокомпьютерлік томографияны қолдану арқылы зертханалық жағдайда карбонат үлгісінің еру процестерін зерттеу.

Материалдар мен әдістер. Зерттеуде 5 цилиндрлік карбонат үлгілері қолданылды, олар тұз қышқылы ерітінділерін айдау кезінде сыналған. Және де 8 үлгідегі қосымша эксперименттік және сандық деректер пайдаланылады. Үлгілердің үш өлшемді кеуекті кеңістігі томографиялық кескіндерге негізделген арнайы бағдарламалық жасақтама қолдану арқылы алынды.

**Нәтижелері.** Алынған нәтижелер геологиялық және инженерлік зерттеулерде еру процестерін тереңірек түсіну үшін рентгендік компьютерлік томографияны қолданудың маңыздылығын көрсетеді. Зерттеу көптеген факторларға байланысты тау жыныстарының еру процесінің күрделілігін көрсетті. Үлгілердің жасалған 3D модельдері құрт саңылауларын, соның ішінде тармақталған және басым құрт тесіктерін 3D визуализациялауға мүмкіндік берді. 3D кескіні қышқыл әсерінен бұрын және одан кейінгі үлгілердің кеуек құрылымындағы өзгерістер туралы құнды ақпарат берді.

**Қорытынды.** Бұл зерттеудің нәтижелері карбонат үлгілеріндегі еріту процестерін талдау кезінде физикалық және құрылымдық қасиеттерді ескерудің маңыздылығын көрсетеді. Бұл деректер қышқыл ерітінділерінің карбонат үлгілерімен әрекеттесу процестерін дәлірек түсінуге және оңтайландыруға ықпал ете отырып, мұнай-газ өнеркәсібінде практикалық қолданылуы мүмкін.

**Негізгі сөздер:** карбонат үлгілері, рентгендік микрокомпьютерлік томография, кеуекті құрылым, өткізгіштік.

#### Дәйексөз келтіру үшін:

Болысбек Д.Ә., Құлжабеков Ә.Б., Бекбау Б.Е. Рентгендік микрокомпьютерлік томография көмегімен карбонат үлгілерінің еруін эксперименталды зерттеу // Қазақстанның мұнай-газ саласының хабаршысы. 2023. 5 том, №4, 92–106 б. DOI: https://doi.org/10.54859/kjogi108669.

#### Введение

Изучение процессов растворения в карбонатных образцах имеет важное значение в геологии и нефтегазовой индустрии, поскольку оно позволяет лучше понимать изменения в пористой структуре горных пород и их влияние на проницаемость. Эти процессы играют ключевую роль в контексте извлечения и хранения углеводородных ресурсов в подземных образованиях, а также в процессах геологического хранения углекислого газа.

Карбонатные образцы, такие как кальцит, являются распространенными компонентами горных пород и коллекторов нефти и газа. Понимание их поровой структуры играет важную роль в процессах растворения и переноса углеводородов, а также в реакциях с агрессивными химическими средами, такими как соляная кислота.

Многие исследования были посвящены процессам растворения в продуктивных слоях с использованием реактивных транспортных моделей [1–3]. Также проводились эксперименты по растворению карбонатных пород различными кислотными растворами [4, 5].

Для создания трехмерных цифровых моделей карбонатных образцов стала широко применяться рентгеновская микрокомпьютерная томография [6–8]. Численные моделирования использовались для изучения процессов растворения пористых структур [9, 10]. При этом исследователи также изучали влияние масштабов образцов на изменение фронтов растворения [10].

Было проанализировано влияние соляной кислоты различных концентраций на пористость и проницаемость карбонатных пород [12, 13]. Кроме того, исследования охватывали влияние температуры на процессы растворения карбонатных образцов [14] и механизмы растворения в карбонатных образцах в условиях высокого давления [15]. Исследования также затрагивали вопросы влияния химического состава карбонатных пород на их растворимость [16].

Было исследовано влияние геометрии пор на эффективность процессов растворения в карбонатных образцах [17]. Изучено влияние

воздействия разных видов кислотных составов на карбонатные породы при медленных скоростях [18].

В настоящей статье изучаются механизмы растворения карбонатных образцов и их влияние на основные характеристики этих образцов с помощью рентгеновского микрокомпьютерного томографа.

Для достижения этой цели были использованы 5 цилиндрических образцов карбоната. В каждый из них был закачан 12%-й раствор соляной кислоты с разной скоростью – от 0,5 до 32 мл/мин, а также были использованы дополнительные экспериментальные и цифровые данные образцов из работы [18].

# Материалы и методы

Карбонатные образцы

Для выполнения физических экспериментов, связанных с процессом растворения, в данной работе используются 5 цилиндрических карбонатных образцов длиной и диаметром около 5 и 3 см соответственно. Эти образцы были взяты из геологического керна, извлеченного из карбонатного коллектора, расположенного в каменноугольной системе одного ИЗ нефтяных месторождений Республики Татарстан (рис. 1). Глубина залегания продуктивного пласта составляет 900-1000 м. Карбонатные породы коллектора являются известняками-грейнстоунами. На рис. 1 в верхнему ряду – фотографии входного и выходного слоев образцов, тогда как в нижнем ряду приведены фотографии образцов сбоку. При визуальном осмотре образцов трещины и каверны не были обнаружены.

Дополнительно были использованы результаты аналогичных экспериментов, проведенных на 8 образцах с аналогичными характеристиками [18]. Также имеются их обработанные цифровые модели, полученные с использованием микрокомпьютерной томографии с разрешением 18 мкм. Отличием результатов образцов 8 ОТ образцов, использованных в эксперименте, является скорость закачки (1-8 мл/мин) и различные закачанные кислотные составы (12%



Рисунок 1. Фотографии образцов Figure 1. Photos of samples

1 – образец №1 / Sample No. 1, 2 – образец №2 / Sample No. 2, 3 – образец №3 / Sample No. 3, 4 – образец №4 / Sample No. 4, 5 – образец №5 / Sample No. 5



Рисунок 2. Использованные аппараты для определения минерального состава и сканирования образцов

# Figure 2. Equipment used to determine the mineral composition and scan samples

a) рентгеновский дифрактометр Bruker D2 / X-ray diffractometer Bruker D2; б) рентгеновский микрокомпьютерный томограф General Electric V|tome|X S240 / X-ray microcomputer-based tomograph General Electric V|tome|X S240



Рисунок 3. Аппарат и процедура фильтрационных экспериментов Figure 3. Equipment and Procedure of filtration experiments

a) установка Wille Geotechnik Y1000 / Wille Geotechnik Y1000 Installation ; б) схема процедуры экспериментов / experimental procedure diagram

и 18% HCI). Для удобства номера дополнительных образцов будут обозначены с добавлением в конце «.Ref», т.к. они используются в качестве референса.

R ходе проведения стандартных исследований образцы прошли через экстракцию углеводородов, очищение от солей и высушивание в аппаратах Сокслета. После чего были определены фильтрационноемкостные петрофизические И свойства, включающие открытую пористость, объемную плотность и проницаемость образцов.

Минеральный состав образцов определялся с помощью рентгеновского дифрактометра Bruker D2 (рис. 2, а). Эксперименты по закачке кислотного раствора

Перед проведением фильтрационнных экспериментов образцы сканировались с помощью рентгеновского микрокомпьютерного томографа General Electric V|tome|X S240 (рис. 2, б) с разрешением около 18 мкм.

При проведении фильтрационных экспериментов для соответствующих образцов использовалась модельная пластовая вода (раствор NaCl 2% мас.). В качестве кислотного раствора был использован 12%-й раствор соляной кислоты (HCl). Скорость закачки растворов в образцы варьировалась от 0,5 до 32 мл/мин.

```
96 DOI: 10.54859/kjogi108669
```

Таблица 1. Фильтр	ационно-ёмкостные свойства и минеральный состав образцов	
Tab	e 1. Properties and mineral composition of samples	

Образец	Длина, см Length, cm	Диаметр, см Diameter, cm	Пористость, % Porosity, %	Проницаемость, мД Permeability, mD	Минеральный состав, % Mineral composition, %		
Sample					кальцит calcite	доломит dolomite	кварц quartz
1	4,93	2,98	22,39	642,18	99	<1	1
2	4,92	2,96	23,05	920,64	100	-	<1
3	4,93	2,99	27,17	635,03	100	-	-
4	4,95	2,98	21,91	816,65	100	-	-
5	4,92	2,98	18,05	406,67	100	-	-
2.Ref	5,02	2,97	20,62	434,49	100	-	-
7.Ref	5,01	2,98	20,92	721,04	99	-	1
9.Ref	5,02	2,98	20,67	135,13	100	-	-
10.Ref	5,02	2,98	19,02	289,94	99	-	1
11.Ref	5,01	2,98	19,58	394,71	99	-	1
12.Ref	5,03	2,98	18,34	202,34	100	-	-
13.Ref	5,03	2,98	20,04	458,86	100	-	-
18.Ref	5,02	2,99	11,16	153,68	100	-	-



Рисунок 4. Фотографии образцов после закачки кислотного раствора Figure 4. Photos of samples after injection of acid solution 1 – образец №1 / Sample No. 1, 2 – образец №2 / Sample No. 2, 3 – образец №3 / Sample No.

1 – образец №1 / Sample No. 1, 2 – образец №2 / Sample No. 2, 3 – образец №3 / Sample No. 3, 4 – образец №4 / Sample No. 4, 5 – образец №5 / Sample No. 5

	Раствор HCl, мас. % HCl solution, wt. %	Скорость закачки, мл/мин Injection rate, ml/min	Пористость до закачки кислоты, % Porosity before acid injection, %	Пористость после растворения, % Porosity after dissolution, %	Проницае Permeab		
Образец Sample					до растворения before dissolution	после растворения after dissolution	PVbt
1	12	0,5	22,84	32,65	642,18	918,89	-
18.Ref	12	1	11,16	-	153,68	1083,15	1,20
9.Ref	12	2	20,67	-	135,13	516,91	3,20
13.Ref	12	4	20,04	-	458,86	4153,61	4,40
7.Ref	12	8	20,92	-	721,04	3900,88	4,20
2	12	12	23,94	30,61	920,64	2391,17	5,81
3	12	16	27,74	32,46	635,03	3331,20	4,50
4	12	25	22,41	28,13	816,65	3889,23	6,31
5	12	32	18,72	23,31	406,67	3009,90	6,19
12.Ref	18	1	18,34	-	202,34	516,91	2,6
10.Ref	18	2	19,02	-	289,94	990,77	2,9
11.Ref	18	4	19,58	-	394,71	4424,37	2,7
2.Ref	18	8	20,62	-	434,49	3849,42	2,4

Таблица 2. Результаты фильтрационных испытаний Table 2. Results of experimental tests

PV<sub>ы</sub> – закачанный поровый объём кислотного раствора / injected pore volume of acid solution

Фильтрационные эксперименты по закачке 2%-го раствора хлорида натрия (NaCl) и растворов соляной кислоты (HCl) проводились с помощью электронной установки для испытания пород Wille Geotechnik Y1000 (рис. 3, а). Схематическая иллюстрация процедуры экспериментов представлена на рис. 3 (б).

Образец насыщался 2%-м раствором NaCl и выдерживался в течение 12 ч при температуре 20°С и давлении 3 МПа (пластовые условия).

После этого в образец закачивался 2%-й раствор NaCl и измерялся перепад давления в образце после его стабилизации. Далее клапаны КЗ и К4 закрываются, а клапаны и К2 открываются, затем в образец К1 закачивается раствор HCI до прорыва. После завершения закачки растворов HCI в образец снова закачивается 2%-й раствор NaCl для измерения перепада давления в образце, пока оно не стабилизируется. Затем каждый образец подвергался сухому сканированию рентгеновским микрокомпьютерным томографом. Все экспериментальные данные записываются на компьютер. Все эксперименты проводились при постоянных температуре и давлении – 20°С и 3 МПа соответственно. Процедура восстановления смачиваемости не была проведена. Кислота не быпа ингибирована. Система не останавливалась для кислотной ванны.

Абсолютная проницаемость образцов по воде рассчитана согласно линейному закону Дарси:

$$K=\mu LQ/\Delta PF$$
 (1)

где *K* – абсолютная проницаемость, м<sup>2</sup>;  $\mu$  – динамическая вязкость, Па•с; *L* – длина образца, м; *Q* – объемный расход, м<sup>3</sup>/с;  $\Delta P$  – перепад давления на торцах образца, Па; *F* – площадь поперечного сечения образца, м<sup>2</sup>.

Рентгеновская компьютерная томография

Принцип функционирования метода рентгеновской томографии заключается в получении последовательности рентгеновских изображений объекта, которые после этообрабатываются использованием го С программных методов для создания объемного изображения. В данной методике ключевой определяющей единицей. разрешение трёхмерной модели объекта, является воксель. Воксели аналогичны пикселям, но применяются в трёхмерном пространстве. Результатом восстановления трёхмерного изображения является трёхмерный массив вокселей, выстроенных в соответствии с координатными осями X, Y, Z. Единичный срез толщиной в один воксель обычно называется слайсом.

В статье цифровая модель образцов содержит около 1800 x 1800 x 3000 слайсов в трёх направлениях соответственно.

Обработка и расчёт характеристик объёмной модели производились в специализированной программе Avizo [19], позволяющей создавать 3D модели образцов и проводить расчеты микроскопических и макроскопических свойств.

Обработка полученной цифровой модели образцов состоит из нескольких обязательных операций, таких как вырезка, удаление шумов сегментация. Вырезка производилась И с целью удаления нежелательных граничных Фильтрация шумов. цифровых данных С целью проведена удаления шумов и артефактов непосредственно внутри образца. Для фильтрации был использован медианный фильтр, который явпяется наиболее предпочтительным при разрешении рентгеновской томографии около 18 микронов [18]. После фильтрации была выполнена сегментация порового пространства с помощью модуля «Interactive Thresholding» в Avizo, в котором определялось пороговое значение границы серого для адекватного отделения порового пространства от твёрдого скелета.

# Результаты и их обсуждения

Результаты физических экспериментов по растворению образцов

Перед проведением экспериментов по закачке кислоты в образцы были определены ИХ фильтрационные и петрофизические свойства (табл. 1). Данные по дополнительным образцам также включены в таблицу. Образцы имеют схожие размеры, но различаются по объёму пор, пористости и проницаемости. Если сравнить значения пористости и проницаемости в представленных образцах, можно заметить, что образцы с более высокой пористостью имеют более высокие значения проницаемости.

Также был определен минеральный который состав образцов, показывает, что все образцы практически нацело сложены кальцитом (табл. 1). Лишь в нескольких изученных образцах обнаружена небольшая доля кварца, не превышающая 1%. Это указывает, что все изученные образцы являются в высокой степени однородными по составу, что исключает влияние этого параметра при сравнении эффективностей взаимодействия образцов с кислотными составами.

После стандартных исследований были проведены эксперименты по закачке кислоты в образцы, результаты которых показаны в табл. 2. На рис. 4 показаны фотографии образцов после закачки кислотного раствора. Фотографии образцов после закачки кислоты

------DOI: 10.54859/kjogi108669 ------



Рисунок 5. Сырые изображения образцов до и после растворения породы Figure 5. Raw images of samples before and after rock dissolution



оригинал original вырезанная часть cur section фильтрация filtration сегментация segmentation

сегментация образца sample segmentation

Рисунок 6. Результаты фильтрации и сегментации изображений образца 3 Figure 6. Results of filtering and segmentation of sample 3 images

показывают, что почти во всех образцах были прорывы, кроме образца 1.

образце В 1 наблюдался процесс растворения породы y входного торца вследствие низкой скорости закачки кислотного раствора, в остальных экспериментах образовались червоточины С прорывом образца.

При анализе изменений основных параметров всех образцов за счет растворения был выявлен ряд особенностей.

Образцы, которые подвергались воздействию 12%-го раствора, имели разнообразные изменения пористости и проницаемости.

Экспериментальные значения пористости дополнительных образцов после растворения отсутствовали, таким образом, не удалось оценить изменения пористости в дополнительных образцах.

Изменений пористости в основных 5 образцах замечено не было. Наибольший

			· · ·		
c t	)бразец Sample	Пористость по изображению, % Porosity by image, %	Экспериментальная пористость, % Experimental porosity, %	Отклонение, % Deviation, %	Порог серого Gray threshold
	до / before	20,21	22,39	9,75	25300
	после / after	29,63	32,65	9,24	30400
2	до / before	21,01	23,05	8,84	21570
	после / after	28,07	30,61	8,31	24100
3	до / before	24,73	27,17	8,97	26900
	после / after	29,81	32,46	8,15	28850
4	до / before	19,80	21,91	9,63	11240
	после / after	25,54	28,13	9,22	27930
_	до / before	16,33	18,05	9,51	24800
5	после / after	21,30	23,31	8,61	24990
2 Pof	до / before	17,36	20,62	15,79	26800
2.1101	после / after	26,58	-	-	23000
7.Ref	до / before	17,95	20,92	14,17	28900
	после / after	26,90	-	-	19900
	до / before	17,94	20,67	13,21	21450
9.110	после / after	19,94	-	-	22900
10 Pof	до / before	16,28	19,02	14,39	21250
10.1101	после / after	25,51	-	-	34200
11 Dof	до / before	17,01	19,58	13,14	29150
II.Rei	после / after	24,40	-	-	23900
12.Ref	до / before	15,57	18,34	15,13	28650
	после / after	20,94	-	-	23650
12 Def	до / before	17,00	20,04	15,19	23250
13.Rel	после / after	22,67	-	-	2500
10 Dof	до / before	10,11	11,16	9,41	10250
10.Rel	после / after	13,56	-	-	17200

# Таблица 3. Результаты расчета пористости по изображениям Table 3. Results of porosity calculation from images

прирост пористости наблюдался в образце 1 за счёт сильного растворения входной области. Образцы со сравнительно высоким приростом пористости показали не совсем однозначную связь с изменением проницаемости.

Наибольший прирост проницаемости после растворения наблюдался в образцах 18.Ref, 13.Ref и 5. Наименьший прирост был в образце 2.

Наблюдались разные реакции на изменения скорости закачки. Определенные образцы показали значительный прирост проницаемости при увеличении скорости, в то время как для других образцов такие изменения могли быть менее выраженными. С увеличением скорости закачки наблюдался и рост PVbt. В образце 1 не было выявлено прорыва кислоты, следовательно, значение результаты работ по созданию 3D цифпараметра PVbt для данного образца не было определено.

данных эксперимента с закачкой В 18%-го раствора в образцы был замечен наибольший прирост проницаемости в 11.Ref. и 2.Ref. Учитывая диапазон скоростей, раствор в них закачивался с относительно средней скоростью закачки (4, 8 мл/мин). Следует отметить, что поровый объём, который необходим для прорыва в случае закачки 18%-го раствора, практически оставался неизменным в образцах.

Изменения основных параметров растворении карбонатных образцов при показали не совсем однозначный паттерн. который может быть связан с особенностями изменения в их структуре.

# Создание 3D цифровой модели образцов

разделе представляются R этом 5 образцов основных ровой модели по их рентгеновским снимкам. Также были

------DOI: 10.54859/kjogi108669 ------100





Figure 7. Pore spaces of samples and porosity distribution along the length of samples before and after dissolution when injecting a 12% HCl solution

получены данные дополнительных образцов по микрокомпьютерной томографии с аналогичным разрешением. Цифровые данные представляют собой трехмерный массив вокселей, выстроенных в соответствии с координатными осями X, Y, Z.

Каждому вокселю в изображениях образца присваивается значение рентгеновской плотности, измеряемое в условных единицах шкалы линейного ослабления излучения относительно воздуха. В данном случае оно изменяется в диапазоне от 0 до 65535 ед. На рис. 5 показаны срезы сырых изображений образцов до и после растворения соляной

кислотой. Кислотный раствор был закачан слева направо.

Как видно из срезов образцов, были обнаружены микротрещины и уплотнённые области, которые могли стать причиной разброса изменения проницаемостей (табл. 2). В основных 5 образцах не были обнаружены ярко выраженные трещины, в то время как в дополнительных образцах присутствовали микротрещины и микрокаверны. Следует отметить, что качество снимков дополнительных образцов было ниже, чем основных 5 образцах. Таким образом, требовалась тщательная обработка изображений образцов.



Рисунок 8. Поровые пространства образцов и распределение пористости по длине образцов до и после растворения при закачке 18% HCI

Figure 8. Pore spaces of samples and porosity distribution along the length of samples before and after dissolution when injecting a 18% HCL solution

Изображения образцов были обработаны путём удаления нежелательных шумов. Перед наложением фильтров границы изображения были срезаны до краев цилиндра. В итоге количество слайсов в трёх направлениях были сокращены до ~1600 x 1600 x 2600 слайсов.

После этого была проведена фильтрация изображений образцов и их сегментация. Была выбрана определенная прямоугольная область на одном из срезов образца 3 с целью демонстрации результатов фильтрации и сегментации. На рис. 6 приведено сопоставление оригинального изображения с изображением после применения фильтрации, а также их сегментации на примере образца 3. Следует отметить, что распределение серого цвета было отрегулировано с целью показа результатов фильтрации, на которых видно, что шумы, которые присутствовали в оригинальном изображении, были раззависимости глажены В ОТ структуры, состава и от процесса сканирования границы распределения плотности поглощения рентгеновских лучей изменяются по-разному - также, как и их границы серого, устанавливаемые для сегментации порового пространства в модуле Interactive thresholding. Значения верхнего порога для сегментации были определены путём визуального анализа срезов, и они отличались для каждого образца (табл. 3). В свою очередь по бинарным данным образцов были рассчитаны их пористости (табл. 3). Расчеты пористости, проведенные на основе сегментированных изображений образцов, продемонстрировали хорошие результаты. Отклонения от экспериментальной

пористости варьируются, но в целом остаются на относительно низком уровне для 5 образцов (~10%). В дополнительных образцах отклонения пористости больше (~15%) в связи с тем, что качество их рентгеновских снимков было относительно ниже. Отклонение означает разницу между измеренной пористостью на изображениях и фактическим значением пористости, полученным экспериментально. Дело в том, что некоторым порам в образцах недостаточно разрешения в 18 мкм (subresolution porosity). В некоторых случаях для карбонатных пород даже разрешение в 1 мкм является недостаточным [20].

Такие отклонения связаны, в первую снимков, очередь, с качеством которое определяется разрешением рентгеновского микрокомпьютерного томографа. Также влияют условия и параметры съёмок, которые каждого образца подстраивались для оператором отдельно. Все эти факторы влияют на значения оттенков серого, отражающих коэффициент поглощения рентгеновского излучения материалом. Оно в значительной мере зависит от минерального состава пород. Поскольку для каждого образца требуется настройка индивидуальных параметров съёмки, это смещает значения оттенков серого для одних и тех же плотностных элементов в разных образцах.

На рис. 7, 8 показаны результаты объёмного рендеринга сегментированного порового пространства образцов до и после растворения, а также расчётов усреднённой пористости по длине образцов в различных концентрациях. Тёмно-синий цвет показывает поровое пространство. Направление закачки на рис. 7, 8 происходит слева направо. Синие и оранжевые линии показывают распределение пористости до и после растворения соответственно. Следует отметить, что для визуализации червоточин в 3D моделях образцов после растворения прозрачность была увеличена.

По созданным 3D цифровым моделям образцов, а также по распределению пористости по длине образцов можно увидеть особенности механизмов растворения образцов.

Поровое пространство в образцах, где закачивался 12%-й раствор соляной кислоты, претерпело существенные изменения. В образце 1 наблюдается режим поверхностного растворения из-за низкой скорости закачки, и поэтому не наблюдался прорыв кислотного раствора через образец. В образце 18. Ref в целом наблюдалось однородное растворение, однако была замечена маленькая диагональная червоточина. До растворения в этом образце количество пор было меньше, что также подтверждается экспериментальными данными (табл. 1). Однако размеры пор были сравнительно больше, чем у остальных образцов. Заметный прирост проницаемости (табл. 2), возможно, связан с повсеместным увеличением этих пор и их соединённостью.

В остальных образцах заметны признаки режимов разветвлённого и доминирующего (червоточины) растворения. При низких скоростях потока, а именно 1 и 2 мл/мин, наблюдается значительное интенсивное растворение породы, в основном, в начальной части образцов. По мере увеличения скорости закачки и закачанного порового объема кислоты толщина червоточин увеличивается. При высоких скоростях потока (12–32 мл/мин) наблюдается утолщение червоточин.

При введении 18%-го раствора HCl со скоростью 1 и 2 мл/мин также начинается интенсивное растворение входной части, а паттерн растворения развивается от конического к доминирующему. По мере увеличения скорости закачки также развиваются доминирующие червоточины. Такие изменения свидетельствует о сложном процессе растворения породы, который характеризуется конкуренцией между переносом раствора и взаимодействием кислоты с породой, а также различной неоднородностью в распределении пор и проницаемости.

В целом при закачке раствора соляной кислоты различных концентраций было

# дополнительно

Источник финансирования. Данное исследование было профинансировано

замечено, что в обоих случаях в образцах 13.Ref, 5, 11.Ref, 2.Ref, где были наибольшие приросты проницаемости, развивается одна доминирующая червоточина.

## Заключение

В настоящей статье было экспериментально изучено растворение образцов карбонатной породы с применением рентгеновской микрокомпьютерной томографии С пространственным разрешением в 18 мкм. Результаты исследования выявили, что различные образцы, обладающие разными характеристиками пористости и проницаемости, реагируют по-разному на воздействие соляной кислоты. Конкретные результаты включают увеличение пористости и проницаемости после растворения. Наибольшие приросты пористости и проницаемости наблюдались при более высоких концентрациях и скоростях закачки кислоты.

Установлены различные механизмы растворения, включая червоточины, разветвлённое растворение и поверхностное растворение. Скорость закачки кислоты имела влияние на эти механизмы.

При введении 18%-го раствора HCI поровый объём, необходимый для прорыва, оставался почти постоянным.

Замечено, что наибольшие приросты проницаемости наблюдались при относительно высоких скоростях, а также в обоих случаях (при закачке 12%-го и 18%-го растворов HCI) развивалась одна доминирующая червоточина.

Исследование подчеркнуло сложность процесса растворения породы, который зависит от множества факторов, включая свойства породы, скорость закачки, концентрацию кислоты и даже индивидуальные структурные характеристики образцов.

Полученные результаты демонстрируют значимость применения рентгеновской компьютерной томографии для более глубокого понимания процессов растворения в геологических и инженерных исследованиях. Этот метод позволяет создавать трёхмерные модели и более точно определять изменения в структуре породы.

Дальнейшие исследования будут направлены на оптимизацию условий воздействия кислотных растворов для достижения наиболее эффективных результатов, а также на изучение изменения смачиваемости пород в результате растворения.

Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан в рамках проекта АР09058419 «Прогнозирование характеристик пористой среды с учетом режимов растворения породы в масштабе пор на основе машинного обучения».

Конфликт интересов. Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Вклад авторов. Bce авторы подтверждают соответствие своего авторства международным критериям ICMJE (все авторы внесли существенный вклад в разработку концепции, проведение исследования и подготовку статьи, прочли и одобрили финальную версию перед публикацией). Наибольший вклад распределён следующий образом: Болысбек Д.А. – эксперимент, программное обеспечение, источники, подготовка первоначального черновика, визуализация, написание редактирование И статьи, Бекбау Б.Е. – концептуализация, методология. анализ данных. валидация, написание и редактирование статьи, Кульджабеков А.Б. – финансовые услуги по проведению экспериментов, административные работы, анализ данных, валидация, написание и редактирование статьи.

# ADDITIONAL INFORMATION

**Funding source.** This research was funded by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan within the framework of the project AP09058419 "Forecasting the characteristics of porous media taking into account rock dissolution regimes at the pore scale based on machine learning".

**Competing interests.** The authors declare that they have no competing interests.

Authors' contribution. All authors made substantial contribution to the conception а of the work, acquisition, analysis, interpretation of data for the work, drafting and revising the work, final approval of the version to be published and agree to be accountable for all aspects of the work. The greatest contribution is distributed as follows: Darezhat A. Bolysbek - experiment, software, sources, initial draft preparation, visualization, article writing and editing; Bakbergen Ye. Bekbau - conceptualization, methodology, data analysis, validation, writing and editing the article; Alibek B. Kuljabekov financial services for experiment running, administrative work, data analysis, validation, writing and editing the article.

# СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Maheshwari P., Maxey J., Balakotaiah V. Simulation and Analysis of Carbonate Acidization with Gelled and Emulsified Acids // Abu Dhabi International Petroleum Exhibition and Conference; Ноябрь 10–13, 2014; Абу-Даби, ОАЭ. Режим доступа: https://onepetro.org/SPEADIP/proceedings-abstract/14ADIP/2-14ADIP/210607. Дата обращения: 20.07.2023.

2. *Luo Z., Cheng L., Zhao L., Xie Y.* Study on the mechanism of reactive acid transport in fractured two-mineral carbonate rocks // Journal of Natural Gas Science and Engineering. 2021. Vol. 94. doi:10.1016/j. jngse.2021.104118.

3. An S., Erfani H., Hellevang H., Niasar V. Lattice-Boltzmann simulation of dissolution of carbonate rock during CO2-saturated brine injection // Chemical Engineering Journal. 2021. Vol. 408. doi:10.1016/j. cej.2020.127235.

4. Luquot L., Rodriguez O., Gouze P. 2014. Experimental Characterization of Porosity Structure and Transport Property Changes in Limestone Undergoing Different Dissolution Regimes // Transport in Porous Media. 2014. Vol 101, N 3. P. 507–532. doi:10.1007/s11242-013-0257-4.

5. Soltanbekova, K., Assilbekov B., Zolotukhin A., et al. Results of laboratory studies of acid treatment of low-permeability rock cores // Series of Geology and Technical Sciences. 2014. Vol. 5, N 449. P. 113–123. doi:10.32014/2021.2518-170X.105.

6. *Qajar J., Arns C.* Characterization of reactive flow-induced evolution of carbonate rocks using digital core analysis – part 1: Assessment of pore-scale mineral dissolution and deposition // Journal of Contaminant Hydrology. 2016. Vol. 192. P. 60–86. doi:10.1016/j.jconhyd.2016.06.005.

7. *Smith M.M., Sholokhova Y., Hao Y., Carroll S.A.* CO<sub>2</sub>-induced dissolution of low permeability carbonates. Part I: Characterization and experiments // Advances in Water Resources. 2013. Vol. 62. P. 370–387. doi:10.1016/j.advwatres.2013.09.008.

8. Xie L., You Q., Wang E., et al. Quantitative characterization of pore size and structural features in ultra-low permeability reservoirs based on X-ray computed tomography // Journal of Petroleum Science and Engineering. 2022. Vol. 208 (Part E). doi:10.1016/j.petrol.2021.109733.

9. *Zhou X., Xu Z., Xia Y., et al.* Pore-scale investigation on reactive flow in porous media with immiscible phase using lattice Boltzmann method // Journal of Petroleum Science and Engineering. 2020. Vol. 191. doi:10.1016/j.petrol.2020.107224.

104 DOI: 10.54859/kjogi108669

10. Турегелдиева К.А., Жапбасбаев У.К., Асилбеков Б.К., Золотухин А.Б. Моделирование кислотной обработки призабойной зоны скважины с учетом ее ухудшенных фильтрационно-емкостных характеристик (часть 2) // Нефтяное хозяйство. 2016. №4. С. 108–110.

11. Асилбеков Б., Акашева Ж., Болысбек Д., Кульджабеков А. Численное исследование растворения карбонатной породы: влияние масштаба области // Вестник КазНПУ им. Абая. Серия «Физико-математические науки. 2022. Том 3, № 79. С. 63–72. doi:10.51889/3035.2022.74.92.008.

12. Liu S., Zhang L., Su X., et al. Micro-CT characterization on pore structure evolution of lowpermeability sandstone under acid treatment // Applied Geochemistry. 2023. Vol. 152. doi:10.1016/j. apgeochem.2023.105633.

13. *Al-Arji H., Al-Azman A., Le-Hussain F., Regenauer-Lieb K.* Acid stimulation in carbonates: A laboratory test of a wormhole model based on Damköhler and Péclet numbers // Journal of Petroleum Science and Engineering. 2021. Vol. 203. doi:10.1016/j.petrol.2021.108593.

14. She M., Shou J., Shen A., et al. Experimental simulation of dissolution law and porosity evolution of carbonate rock // Petroleum Exploration and Development. 2016. Vol. 43. P. 616–625. doi:10.1016/S1876-3804(16)30072-6.

15. He Z., Ding Q., Wo Y., et al. Experiment of Carbonate Dissolution: Implication for High Quality Carbonate Reservoir Formation in Deep and Ultradeep Basins // Geofluids. 2017. Vol. 2017. P. 1–8. doi:10.1155/2017/8439259.

16. *Meng J., Chen S., Wang J., et al.* Development and Application of Carbonate Dissolution Test Equipment under Thermal – Hydraulic – Chemical Coupling Condition // Materials. 2022. Vol. 15. doi:10.3390/ma15207383.

17. Болысбек Д., Асилбеков Б., Кульджабеков А. Численное изучение влияния растворения породы на поровую структуру карбонатных образцов на основе экспериментальных данных // Вестник «Физико-математические науки». 2023. Том 82, № 2.

18. Акашева Ж.К., Болысбек Д.Ә., Асилбеков Б.К. Исследование растворения карбонатных пород с использованием рентгеновской микрокомпьютерной томографии: влияние скорости потока кислоты. Известия национальной академии наук Республики Казахстан. 2023. Том 1, № 457. С. 20–32. doi:10.32014/2023.2518-170X.256.

19. Amira-Avizo Software [Internet]. Thermo Fisher Scientific [cited 2023 April 28]. Available from: https://www.fei.com/software/amira-avizo/.

20. Soulaine C., Gjetvaj F., Garing C., et al. A. The Impact of Sub-Resolution Porosity of X-ray Microtomography Images on the Permeability // Transport in Porous Media. 2016. Vol. 113, N 1. P. 227–243. doi:10.1007/s11242-016-0690-2.

#### REFERENCES

1. Maheshwari P, Maxey J, Balakotaiah V. Simulation and Analysis of Carbonate Acidization with Gelled and Emulsified Acids. Abu Dhabi International Petroleum Exhibition and Conference; 2014 Nov 10–13; Abu Dhabi, UAE. Available from: https://onepetro.org/SPEADIP/proceedings-abstract/14ADIP/2-14ADIP/210607. Cited 2023 July 20.

2. Luo Z, Cheng L, Zhao L, Xie Y. Study on the mechanism of reactive acid transport in fractured twomineral carbonate rocks. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*. 2021;94:104118. doi:10.1016/j. jngse.2021.104118.

3. An S, Erfani H, Hellevang H, Niasar V. Lattice-Boltzmann simulation of dissolution of carbonate rock during CO<sub>2</sub>-saturated brine injection. *Chemical Engineering Journal.* 2021;408:127235. doi:10.1016/j. cej.2020.127235.

4. Luquot L, Rodriguez O, Gouze P. 2014. Experimental Characterization of Porosity Structure and Transport Property Changes in Limestone Undergoing Different Dissolution Regimes. *Transport in Porous Media*. 2014;101(3):507–532. doi:10.1007/s11242-013-0257-4.

5. Soltanbekova, K, Assilbekov B, Zolotukhin A, et al. Results of laboratory studies of acid treatment of low-permeability rock cores. *Series of Geology and Technical Sciences*. 2014;5(449):113–123. doi:10.32014/2021.2518-170X.105.

6. Qajar J, Arns C. Characterization of reactive flow-induced evolution of carbonate rocks using digital core analysis – part 1: Assessment of pore-scale mineral dissolution and deposition. *Journal of Contaminant Hydrology*. 2016;192:60–86. doi:10.1016/j.jconhyd.2016.06.005

7. Smith MM, Sholokhova Y, Hao Y, Carroll SA. CO<sub>2</sub>-induced dissolution of low permeability carbonates. Part I: Characterization and experiments. *Advances in Water Resources*, 2013;62:370–387. doi:10.1016/j. advwatres.2013.09.008.

8. Xie L, You Q, Wang E, et al. Quantitative characterization of pore size and structural features in ultra-low permeability reservoirs based on X-ray computed tomography. *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 2022;208(Part E), 109733. doi:10.1016/j.petrol.2021.109733

 9. Zhou X, Xu Z, Xia Y, et al. Pore-scale investigation on reactive flow in porous media with immiscible phase using lattice Boltzmann method. *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 2020;191:107224. doi:10.1016/j.petrol.2020.107224.

10. Turegeldieva KA, Zhapbasbayev UK, Assilbekov BK, Zolotukhin AB. Matrix acidizing modeling of near-wellbore with reduced reservoir properties (part 2). Oil Industry. 2016;4:108–110. (In Russ).

11. Assilbekov B, Akasheva Z, Bolysbek D, Kuljabekov A. Numerical study of carbonate rock dissolution: influence of domain scale. *Bulletin Abai KazNPU. Series of Physics & Mathematical Sciences*. 2022;3(79):63–72. doi:10.51889/3035.2022.74.92.008.

12. Liu S, Zhang L, Su X, et al. Micro-CT characterization on pore structure evolution of low-permeability sandstone under acid treatment. *Applied Geochemistry*. 2023;152:105633. doi:10.1016/j.petrol.2021.108593.

13. Al-Arji H, Al-Azman A, Le-Hussain F, Regenauer-Lieb K. Acid stimulation in carbonates: A laboratory test of a wormhole model based on Damköhler and Péclet numbers. *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 2021;203:108593. doi:10.1016/j.petrol.2021.108593.

14. She M, Shou J, Shen A, et al. Experimental simulation of dissolution law and porosity evolution of carbonate rock. *Petroleum Exploration and Development*. 2016;43:616–625. doi:10.1016/S1876-3804(16)30072-6.

15. He Z, Ding Q, Wo Y, et al. Experiment of Carbonate Dissolution: Implication for High Quality Carbonate Reservoir Formation in Deep and Ultradeep Basins. *Geofluids*. 2017;2017:1–8. doi:10.1155/2017/8439259.

16. Meng J, Chen S, Wang J, et al. Development and Application of Carbonate Dissolution Test Equipment under Thermal – Hydraulic – Chemical Coupling Condition. *Materials*. 2022;15:7383. doi:10.3390/ma15207383.

17. Bolysbek D, Assilbekov B, Kuljabekov A. Numerical study of the effect of rock dissolution on the pore structure of carbonate samples based on experimental data. *Bulletin Abai KazNPU. Series of Physics & Mathematical Sciences.* 2023;82(2).

18. Akasheva ZK, Bolysbek DA, Assilbekov BK. Study of carbonate rock dissolution using x-ray microcomputed tomography: impact of acid flow rate. *News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, Series of Geology and Technical Sciences.* 2023;1(457):20–32. doi:10.32014/2023.2518-170X.256. (In Russ).

19. Amira-Avizo Software [Internet]. Thermo Fisher Scientific [cited 2023 April 28]. Available from: https://www.fei.com/software/amira-avizo/.

20. Soulaine C, Gjetvaj F, Garing C, et al. A. The Impact of Sub-Resolution Porosity of X-ray Microtomography Images on the Permeability. *Transport in Porous Media*. 2016;113(1):227–243. doi.org/10.1007/s11242-016-0690-2.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

\*Болысбек Дәрежат Абілсеитұлы ORCID 0000-0001-8936-3921 e-mail: *bolysbek.darezhat@gmail.com.* Кульджабеков Алибек Бахиджанович PhD, ORCID 0000-0003-4384-6463 e-mail: *alibek.kuljabekov@gmail.com.* Бекбау Бақберген Ермекбайұлы PhD, ORCID 0000-0003-2410-1626 e-mail: *bakbergen@gmail.com.* 

# AUTHORS' INFO

\*Darezhat A. Bolysbek ORCID 0000-0001-8936-3921 e-mail: bolysbek.darezhat@gmail.com. Alibek B. Kuljabekov PhD, ORCID 0000-0003-4384-6463 e-mail: alibek.kuljabekov@gmail.com. Bakbergen Ye. Bekbau PhD, ORCID 0000-0003-2410-1626 e-mail: bakbergen@gmail.com.

\*Автор, ответственный за переписку/Corresponding Author