

Janusz Kazimierz Krochmal*

**MOŻLIWOŚCI OCENY ZAILENIA
OŚRODKÓW PIASZCZYSTO-ILASTYCH
NA PODSTAWIE POMIARU KĄTA FAZOWEGO****

1. MATERIAŁ BADAWCZY

Próbki do badań zostały wykonane na bazie materiałów płuczkowych stosowanych w wiertnictwie jak: bentonit bułgarski oraz piasek płuczkowy. Charakterystykę składu mineralnego i granulometrycznego badanych próbek wykonano w Instytucie Nafty i Gazu w Krakowie z wykorzystaniem mikroskopu polaryzacyjnego Nikon [4].

Wyniki rentgenowskiej analizy ilościowej bentonitu wykazały, że w zaokrągleniu suma kwarcu wynosi 1%, skaleni 14%, kalcytu – 12%, dolomitu 1%, pirytu 1%, suma minerałów ilastych 72%, co świadczy o wysokiej zawartości minerałów ilastych oraz małej zawartości kwarcu. Granulometrycznie stwierdzono, że próbka bentonitu zawiera 75% ziarn o średnicy do 20 μm , co świadczy o przewadze frakcji wysoko rozdrobnionej, a maksymalna średnica ziarn nie przekracza 80 μm .

Wynik rentgenowskiej analizy ilościowej piasku wykazał, że suma kwarcu wynosi 98%, a pozostałą składową stanowią minerały ilaste – 2%, co świadczy o czystości mineralogicznej piasku. Granulometrycznie, połowę badanego piasku stanowi piasek o średnicy od 0,1 do 0,16 mm, co pozwala zakwalifikować badany materiał jako piasek drobnoziarnisty.

W artykule [3] zaprezentowane zostały istotnie różne wartości częstotliwości $f\varphi_{\text{max}}$ odpowiadające obserwowanej maksymalnej wartości tego kąta φ_{max} dla piasku i bentonitu. Fakt ten był podstawową inspiracją do badań pośrednich ilości objętościowych piasku i bentonitu. W tym celu wykonano mieszaniny o zawartości łu do piasku od 0 do 100%, co 10% w stosunku do piasku, a po wstępnej obserwacji dodatkowo wykonano mieszaninę 5% bentonitu i 95% piasku.

* Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu AGH, Kraków

** Niniejszy artykuł jest wynikiem prac prowadzonych w projekcie badawczym – N524 348335

2. PROCEDURA POMIARÓW

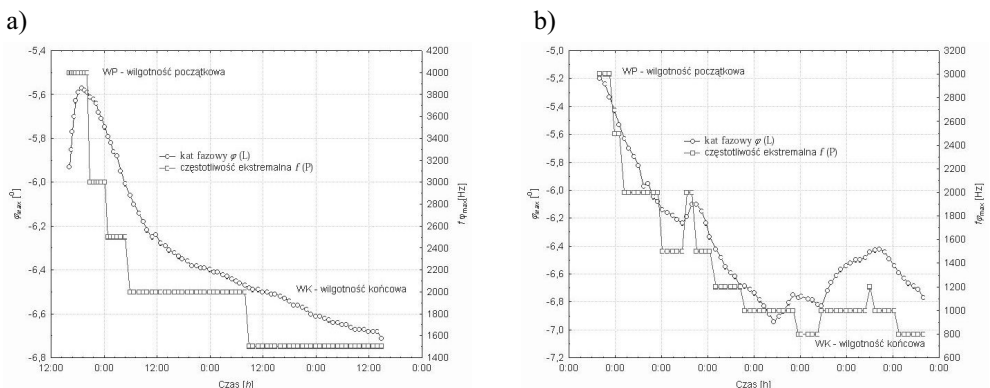
Badany materiał w stanie suchym powietrzno-suchym umieszczano w szklanym naczyniu pomiarowym z elektrodami ze stali nierdzewnej w układzie dwuelektrodowym. Po umieszczeniu tego naczynia w boksie pomiarowym oraz podłączeniu do nowej generacji [2] miernika impedancji 3532 firmy Hioki, rejestrowano zestawem komputerowym wyniki pomiarów, programem sterującym miernikiem, w pakiecie Excel v2003. W trakcie trwania pomiarów temperatura w boksie pomiarowym zmieniała się od pierwotnej około 23 °C do ponad 30 °C. Zaobserwowane zmiany maksymalnej wartości kąta fazowego φ_{max} w czasie rejestracji wielodniowej w kierunku mniejszych wartości były wynikiem, oprócz zmian temperatury, wpływem pola elektrycznego, które pomimo niewielkiego natężenia (napięcie pomiarowe ustalono na 1V) wpływało na desorpcję (odparowywanie) wody. Czas ustalonej równowagi pomiędzy siłą parowania a siłami wiązania cząsteczek wody zależał od udziału iłu do piasku, temperatury oraz innych parametrów takich jak wilgotność powietrza i ciśnienie atmosferyczne. Wszystkie te parametry mają bardzo istotny wpływ na wilgotność badanego materiału w chwili pomiaru.

3. WYNIKI POMIARÓW

Zarejestrowane zestawem komputerowym wyniki pomiarów poddano prezentacji graficznej, a wyselekcjonowane maksymalne wartości kąta fazowego φ_{max} w końcowym etapie poddano analizie statystycznej pakietem Statystyka v8.

Przykład rejestrowanych zmian maksymalnej wartości kąta fazowego φ_{max} w czasie pokazano na rysunku 1. Przedstawione wyniki badań dla próbki zawierającej 60% bentonitu i 40% piasku wykonano w sposób ciągły w okresie 3 dni (rys. 1a) oraz dla tej samej próbki po upływie kilku miesięcy (rys. 1b). To powtórne badanie prowadzono przez 7 dni.

Z wyników badań obserwujemy, że maksymalny kąt fazowy φ_{max} oraz odpowiadająca mu częstotliwość $f\varphi_{max}$ ulegały obniżeniu w wyniku zmniejszającej się zawartości wody (wilgotności) próbki od wilgotności początkowej (WP) do wilgotności końcowej (WK).

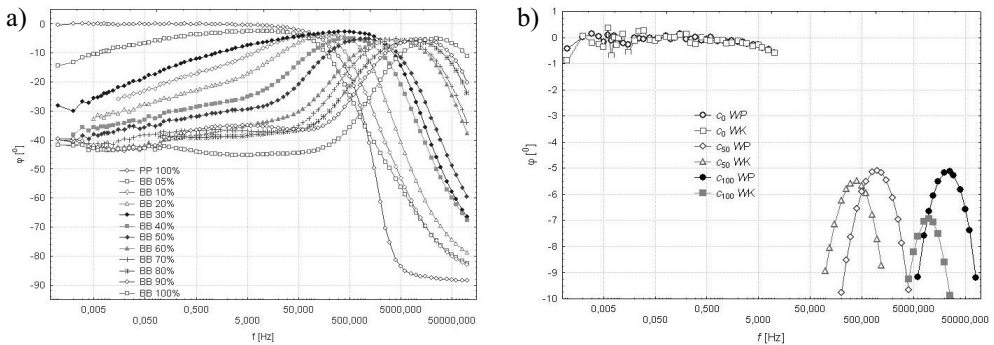


Rys. 1. Zarejestrowana obserwacja zmian maksymalnej wartości kąta fazowego φ_{max} oraz $f\varphi_{max}$ w próbce zawierającej 60% bentonitu i 40% piasku przez: a) 3 doby i po kilku miesięcznej przerwie; b) 7 dni przy temperaturze początkowej od 23 °C do końcowej ponad 30 °C

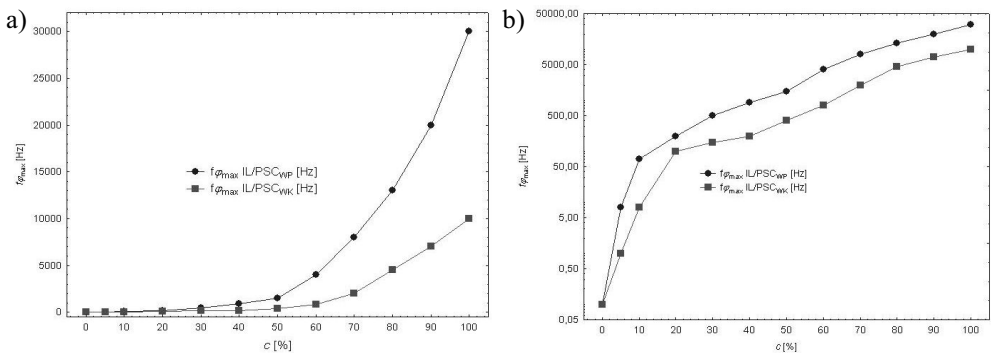
Wykonany komplet badań, który objął zestaw próbek różniących się udziałem objętościowym iłu (BB – bentonit bułgarski) do piasku (PP) potwierdził przewidywany w oparciu o wcześniejsze badania [1] kierunek zmian maksymalnej wartości kąta fazowego φ_{\max} w spektrum częstotliwości od 0,001 Hz do 100 kHz w stanie wilgotności początkowej (WP) (rys. 2a).

Dla poglądowej prezentacji zmian kąta fazowego φ względem rysunku 2a wybrano charakterystyczne udziały: brak iłu – $c_0 = 100\%$ piasku, $c_{50} = 50\%$ iłu i 50% piasku oraz $c_{100} = 100\%$ iłu przy wilgotności początkowej (WP) i końcowej (WK) i rozciągniętej skali kątowej do -10° (rys. 2b).

Prezentowane na rysunku 3 syntetyczne prognozy oceny zawartości iłu w piasku z pomiarów częstotliwości $f_{\varphi_{\max}}$ odpowiadającej maksymalnej wartości kąta fazowego φ_{\max} w spektrum częstotliwości od 0,001 Hz do 100 kHz zostały zgłoszone w Urzędzie Patentowym RP pod numerem P-393 413 z mocą od dnia 23.12.2010 r.



Rys. 2. Zestawienie wszystkich udziałów objętościowych iłu (BB – bentonit bułgarski) do piasku (PP – piasek płuczkowy) w badanym spektrum częstotliwości od 0,001 Hz do 100 kHz przy wilgotności początkowej (a); b) zarejestrowane w obszarze ekstremalnych wartości kąta fazowego φ częstotliwości f dla wybranych udziałów objętościowych odpowiadających c_0 – zerowej, $c_{50} = 50\%$ i $c_{100} = 100\%$ zawartości iłu do piasku przy wilgotności początkowej WP i końcowej WK



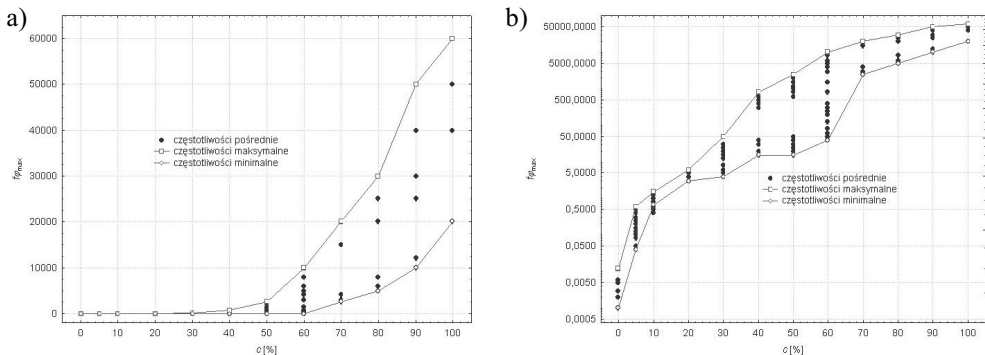
Rys. 3. Wyselekcjonowane obserwacje zmian częstotliwości $f_{\varphi_{\max}}$, przy której występują maksymalne wartości kąta fazowego φ_{\max} od zawartości c iłu (IL) względem piasku (PSC) a) w skali liniowej częstotliwości; b) w skali logarytmicznej częstotliwości, gdzie WP dotyczy wilgotności początkowej, WK wilgotności końcowej

4. WERYFIKACJA POMIARÓW

W celu weryfikacji uzyskanych wyników oraz opracowania metodyki określania za- wartości iłu względem piasku, przeprowadzono komplet pomiarów w warunkach stabil- niejszej temperatury umieszczając boks pomiarowy poza wpływem nagrzewającej się apa- ratury i zestawu komputerowego. Temperatura wahała się wówczas od około 23 °C do oko- ło 25 °C. Dla uzyskania informacji o rozrzucie rejestrowanych pomiarów wykonano co najmniej czterokrotne rejestracje przy co najmniej 10 cyklach pomiarowych dla każdego udziału objętościowego.

Z uzyskanych pomiarów wyselekcjonowano zbiór częstotliwości $f\varphi_{\max}$ przy których kąt fazowy φ miał największą wartość. Rysunek 4 prezentuje wyniki 653 cykli pomiaro- wych tego zbioru w skali liniowej częstotliwości (a) i logarytmicznej częstotliwości (b) z zaznaczeniem wartości maksymalnej i minimalnej częstotliwości dla każdego udziału ob- jętościowego.

Z wstępnej analizy uzyskanych wyników widoczny jest dość duży rozrzut wartości częstotliwości $f\varphi_{\max}$ odpowiadającej maksymalnej wartości kąta fazowego φ_{\max} w obser- wowanym spektrum częstotliwości od 0,001 Hz do 100 kHz (rys. 4).



Rys. 4. Wyselekcjonowane wyniki 653 cykli z weryfikacji pomiarów częstotliwości $f\varphi_{\max}$, przy których kąt fazowy φ miał największą wartość a) w skali liniowej częstotliwości; b) w skali logarytmicznej częstotliwości z zaznaczeniem rozrzutu wartości maksymalnej i minimalnej dla każdego udziału objętościowego

Uzyskany rozrzut wyników był przyczyną poszukiwania istotnego czynnika mającego wpływ na wielkość rozrzutu. Po analizie stwierdzono, że istotnym czynnikiem oprócz udziału objętościowego iłu do piasku jest przede wszystkim stan zagęszczenia (zwiększenia gęstości objętościowej syckiego materiału jakim jest bentonit i piasek). Ponownie przeprowadzono komplet pomiarów z zagęszczeniem badanych próbek przez użycie ustalonej siły ścisku.

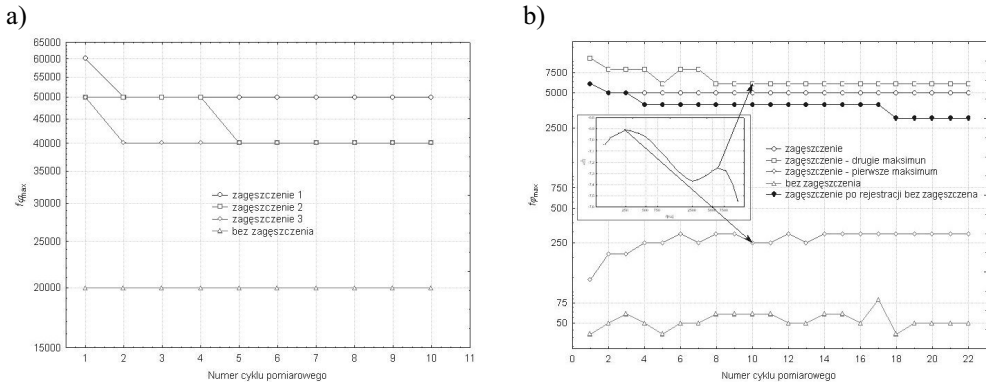
Widoczny największy rozrzut wyników przy 50% udziale iłu do piasku jest wynikiem między innymi największego stochastycznego rozrzutu ułożenia poszczególnych składników na drodze pola elektrycznego pomiędzy elektrodami.

Do dalszej weryfikacji i analizy niepewności wyników wybrano tylko pomiary z zagęszczeniem, odrzucając pomiary bez zagęszczenia.

5. OCENA NIEPEWNOŚCI POMIARÓW

Ocenę niepewności pomiarów dokonano przez wielokrotne pomiary wszystkich próbek z różnymi wariantami ich przygotowania.

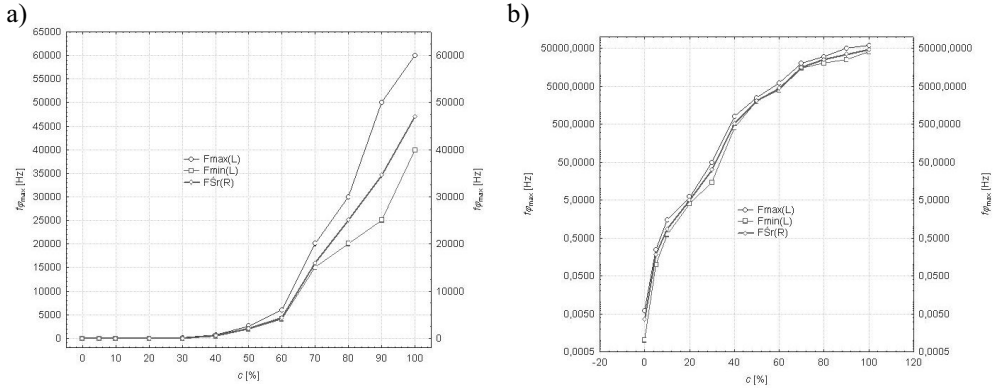
Rysunek 5 prezentuje wpływ zagęszczenia badanej próbki na wartość rejestrowanej maksymalnej częstotliwości $f\varphi_{\max}$ w badanym spektrum częstotliwości dla wybranych udziałów objętościowych 100% łu (rys. 5a) oraz 60% łu (rys. 5b). Stwierdzono, że późniejsze zmiany tej częstotliwości $f\varphi_{\max}$ w czasie rejestracji są znacznie mniejsze w kierunku zmniejszania się, związane głównie ze zmianą temperatury i procesami desorpcji (obniżanie się zarówno maksymalnej wartości badanego kąta fazowego φ_{\max} oraz częstotliwości $f\varphi_{\max}$ przy której ta wartość występuje). W przypadku próbki zawierającej 60% bentonitu i 40% piasku oraz większym zagęszczeniu pojawiły się dwie częstotliwości odpowiadające maksymalnej wartości kąta φ w badanym spektrum (rys. 5b). Po przesypaniu bez zagęszczenia częstotliwość ta zmniejszyła się z 6÷8 kHz do zakresu 40÷80 Hz, a po następnym zagęszczeniu wzrosła do 3÷6 kHz.



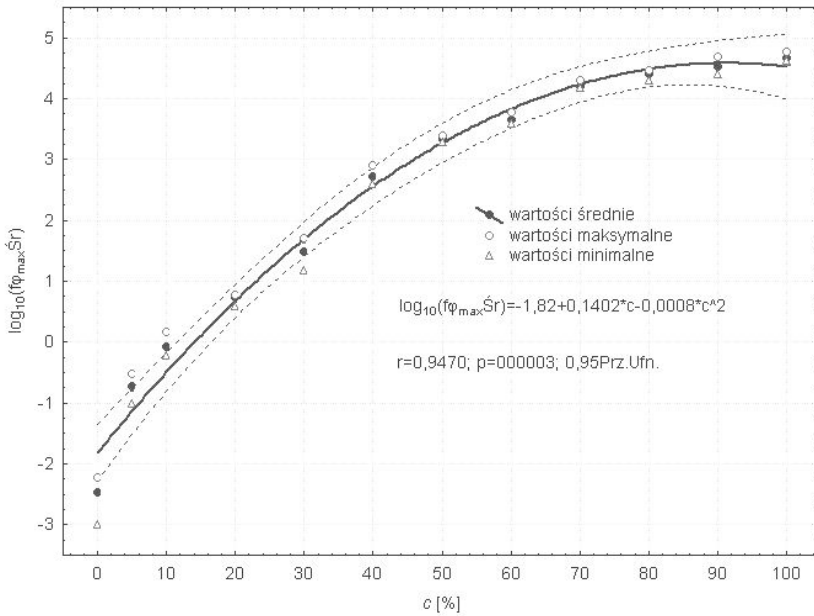
Rys. 5. Prezentacja czterech obserwacji pierwszych dziesięciu cykli pomiarowych próbki bentonitu (a) oraz 22 cykli próbki b) zawierającej 60% łu i 40% piasku z zagęszczeniem i bez zagęszczenia

Na rysunku 6 przedstawione są wyniki obserwacji pierwszych dziesięciu cykli pomiarowych wybranych pomiarów z zastosowanym zagęszczeniem badanych próbek, które poddano analizie statystycznej (rys. 7).

Podsumowując – prezentowane dopasowanie wielomianem logarytmowanych wartości średnich $f\varphi_{\max}$ \bar{S}_r (rys. 7) daje możliwość określenia zawartości łu w stosunku do piasku z pomiaru kąta fazowego φ zagęszczonego materiału ilasto-piaszczystego w spektrum częstotliwości od 0,001 Hz do 100 kHz.



Rys. 6. Prezentacja uzyskanych zależności $f\phi_{\max}$ od zawartości c iłu w piasku w liniowej skali częstotliwości (a) logarytmicznej skali częstotliwości (b)



Rys. 7. Dopasowanie wielomianem logarytmowanych wartości średnich $f\phi_{\max}$ wraz z wartościami maksymalnymi i minimalnymi z zaznaczonym przedziałem ufności 0,95 dla oceny udziału iłu do piasku (zailenia ośrodka piaszczysto ilastego)

Przeliczanie jednostek: $1 \text{ rad} = \pi \approx 57,295770651^\circ$.

6. UWAGI I WNIOSKI KOŃCOWE

- 1) Istnieje charakterystyczna częstotliwość $f\phi_{\max}$ w badanym spektrum częstotliwości 0,001 Hz do 100 kHz odpowiadająca maksymalnej wartości kąta fazowego ϕ_{\max} zależ-

na przede wszystkim od objętościowego składu iłu względem piasku co zostało zgłoszone jako projekt wynalazczy.

- 2) Wykonane pomiary weryfikacyjne wykazały stosunkowo duży rozrzut wyników, który głównie zależy od zagęszczenia (gęstości objętościowej) próbki (rys. 7) i temperatury (rys. 1).
- 3) Po napełnieniu naczynka pomiarowego rejestrowane wyniki mają niewielki rozrzut co świadczy o zależności wyników od sposobu napełniania naczynka pomiarowego oraz o stochastycznym ułożeniu składowych mieszaniny (największy rozrzut przy 50% udziale badanych składników).
- 4) W celu poprawnej interpretacji należy wykonać co najmniej trzy rejestracje przy pełnej ponownej operacji napełnienie naczynka pomiarowego z zagęszczeniem.
- 5) Wartość obserwowanego kąta fazowego ϕ w zakresie niskich częstotliwości jest wynikiem sumarycznych efektów składowych polaryzacji od elektronowych po objętościowe i strukturalne, które są wynikiem przesunięcia ładunku elektrycznego w ślad za zmianą pola elektrycznego. Ze względu na to, że cząsteczka wody, która jest istotnym polarnym składnikiem w ilastym materiale o wysokiej powierzchni właściwej oraz jej możliwości tworzenia asocjacji, sumaryczny efekt polaryzacji jest wysoce złożony.

LITERATURA

- [1] Krochmal J.K.: *Badania przesunięcia elektrycznego w wybranych modelach płynów złożowych i skał*. Praca doktorska, WwNiG AGH, 2007 (niepublikowane)
- [2] Krochmal J.K.: *Mierniki impedancji nowej generacji źródłem postępu w pomiarach polaryzacji elektrycznej*. Wiertnictwo Nafta Gaz (kwartalnik AGH), 4/2009
- [3] Krochmal J.K.: *Badania kąta przesunięcia elektrycznego dla próbek piasku i bentonitu*. Wiertnictwo Nafta Gaz (kwartalnik AGH), 1–2/2010
- [4] Such P.: *Wykonanie badań mineralogicznych, granulometrycznych i mikroskopowych próbek bentonitu bułgarskiego i piasku płuczkowego*. Praca zlecona wykonana przez Instytut Nafty i Gazu, Kraków, listopad 2010