



# Wstępna ocena właściwości reologicznych wybranych rodzajów soli kamiennej

## *Preliminary evaluation of the rheological properties of selected types of salts*

Karolina SERBIN<sup>1</sup>, Tomasz TOBOŁA<sup>2</sup>, Jarosław ŚLIZOWSKI<sup>1</sup>,  
Leszek LANKOF<sup>3</sup>, Krzysztof POLAŃSKI<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie  
Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu, Katedra Inżynierii Gazowniczej, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków  
e-mail: serbin@agh.edu.pl; slizow@agh.edu.pl; polanski@agh.edu.pl

<sup>2</sup> Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie  
Wydział Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska, Katedra Geologii Złożowej i Górniczej  
e-mail: tob@geolog.geol.agh.edu.pl

<sup>3</sup> Instytut Gospodarki Surowcami Mineralnymi i Energią Polskiej Akademii Nauk  
Zakład Odnawialnych Źródeł Energii i Badań Środowiskowych, Wybickiego 7, 31-261 Kraków  
e-mail: lankof@min-pan.krakow.pl

### STRESZCZENIE

Przedmiotem badań była analiza szybkości pełzania różnych typów soli kamiennych pobranych ze złóż Kosakowo, Sieroszowice oraz Mogilno. Rozpatrzono wpływ takich parametrów petrograficznych jak wielkość kryształów halitu, obecność inkluzji solankowo-gazowych, sposób rozmieszczenia anhydrytu i innych domieszek. Przeprowadzone badania nie wykazały wzrostu szybkości pełzania wraz ze wzrostem rozmiarów kryształów halitu co często sugerowane jest w literaturze. Nie zaobserwowano również istotnego wpływu inkluzji pierwotnych. Ze względu na liczną obecność anhydrytu i polihalitu w badanych próbkach w których występowały inkluzje pierwotne, kwestia ich wpływu na szybkość pełzania wymaga dalszych szczegółowych badań. Wpływ na wzrost szybkości pełzania niewątpliwie związany jest z obecnością inkluzji rozmieszczonych na granicach kryształów halitu.

**Słowa kluczowe:** szybkość pełzania, sole kamienne, inkluzje fluidalne.

### ABSTRACT

The aim of presented study was to analyse the creep rate of different types of rock salt taken from the Kosakowo, Sieroszowice and Mogilno salt deposits. Petrological parameters such as: size of halite crystals, the presence of liquid-gas inc-

usions, arrangement of anhydrite and others minerals impurities were taken into account. Research did not reveal correlation between the creep rate and the size of halite crystals, what is frequently suggested in a literature. Moreover, the presence of primary fluid inclusions did not influence on the creep rate. In view of numerous anhydrite and polihalite ingrowth in the samples where primary fluid inclusions occur, this issue needs further investigations. However, the increase of the creep rate is connected with the fluid inclusions distributed on the boundaries of halite crystals.

**Keywords:** creep rate, rock salt, fluid inclusions

### WPROWADZENIE

Wieloletnie laboratoryjne testy pełzania soli kamiennej wskazują, że szybkość tego procesu jest silnie zróżnicowana. W danych warunkach naprężeniowo-termicznych szybkość pełzania stacjonarnego próbek może różnić się nawet ponad stukrotnie (Hunsch, 1993; Ślizowski, 2006). Jest to znacznie więcej niż zróżnicowanie wytrzymałości doraźnej czy szybkości pełzania pierwotnego. Z drugiej strony szybkość pełzania stacjonarnego ma decydujący wpływ na długotrwałą wytrzymałość soli, a tym samym na stateczność wyrobisk górniczych. Przyczyny tak silnego zróżnicowania właściwości soli nie zostały dotychczas wyjaśnione. Upatruje się je

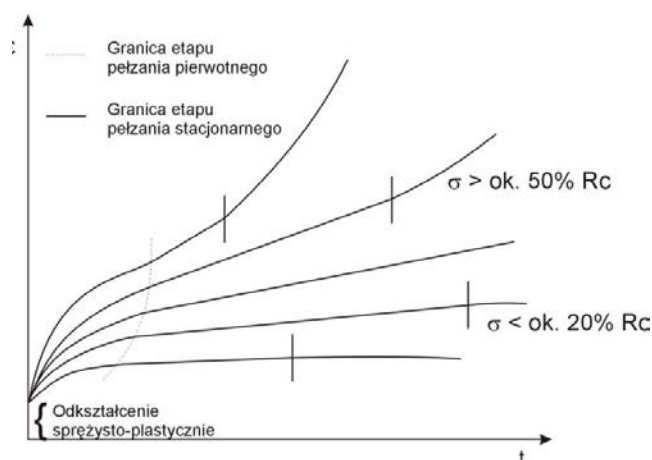


Fig. 1. Fazy odkształceń soli kamiennej  
Fig. 1. Stages of rock salt creep-deformation

w różnicowaniu wielkości kryształów i obecności inkluzji gazowo-solankowych. Przedstawione w artykule rezultaty są omówieniem wyników badań prowadzonych w ostatnim czasie na AGH i w IGSMiE PAN i OBR Chemkop.

## 2. WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNE SOLI KAMIENNEJ

W przypadku soli odkształcenia zależą nie tylko od naprężeń i czasu, lecz dodatkowo, w istotny sposób, od szeregu czynników takich jak temperatura, wilgotność czy budowa petrograficzna, a w szczególności wielkość kryształów (ziaren). Właściwości reologiczne powodują, że nawet w przypadku stałych obciążeń odkształcenie przyrasta w czasie, co przedstawia Fig. 1, na której można wyróżnić następujące fazy odkształceń:

- odkształcenie początkowe (sprężysto-plastyczne) powstające bardzo szybko dlatego zakłada się, że następuje natychmiastowo;

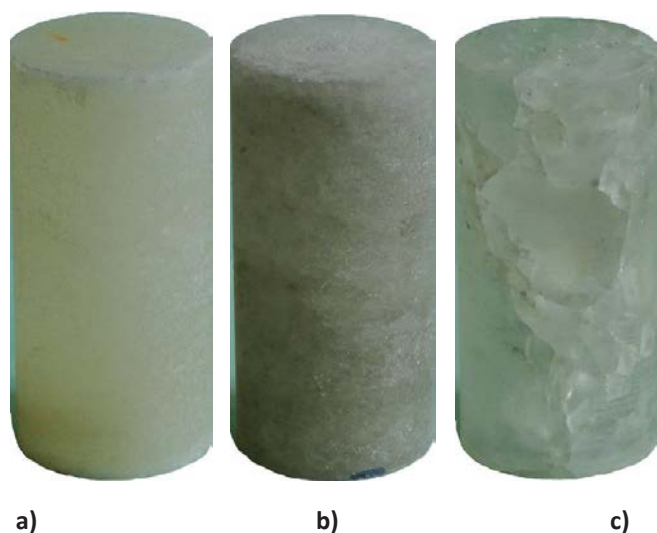


Fig. 3. Próbkki soli kamiennej wykorzystane do badań laboratoryjnych  
a) drobnokrystalicznej, b) średniokrystalicznej, c) grubokrystalicznej  
Fig. 3. Samples of rock salt used for laboratory tests  
a) fine-grained b) medium-grained c) coarse-grained

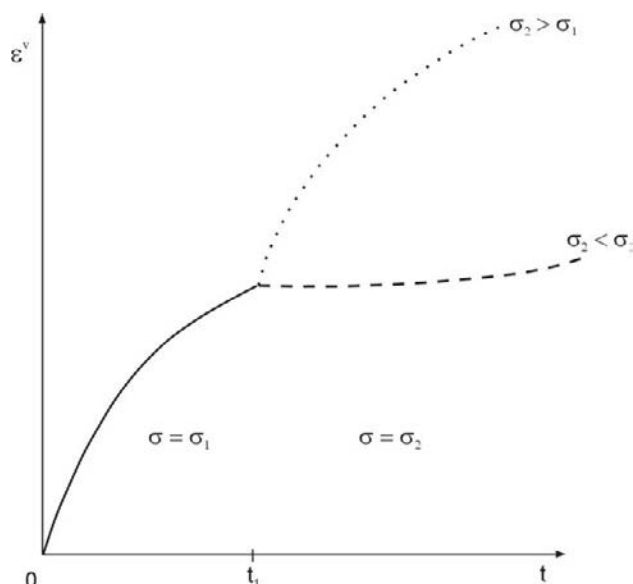


Fig. 2. Przebieg pełzania w przypadku zmiany obciążeń  
Fig. 2. Rock salt creep-deformation under different load conditions

- pełzanie pierwotne w której prędkość pełzania maleje;
- pełzanie stacjonarne tzn. w którym prędkość przyrostu odkształceń jest stała;
- faza końcowa, w której przy dużych naprężeniach przekraczających 50% wytrzymałości doraźnej, pełzanie ulega gwałtownemu przyspieszeniu prowadzącemu do niszczenia materiału, przy mniejszych zaś dalej pozostaje stałe a poniżej 20 % zanika (Ślizowski, 2006).

W przypadku zmiany obciążeń przebieg procesu pełzania zależy od tego czy obciążenie maleje czy rośnie (Fig. 2).

Jeśli w czasie  $t_1$  obciążenie zostaje zwiększone, pojawia się efekt pełzania pierwotnego, a później prędkość pełzania spada do wartości pełzania stacjonarnego odpowiadającego nowym wartościom naprężeń. Jeśli natomiast w czasie  $t_1$  zmniejszy obciążenie pełzanie początkowo zanika, a potem stopniowo przyspiesza do nowej prędkości pełzania stacjonarnego. Podobny przebieg mają krzywe pełzania podczas zmian temperatury. W związku z powyższym najwięcej uwagi poświęca się pełzaniu stacjonarnemu.

## 3. CEL I ZAKRES BADAŃ

Celem badań była analiza wpływu zróżnicowania budowy petrograficznej próbek soli na szybkość pełzania stacjonarnego. Badaniami objęto 3 rodzaje soli kamiennej: drobnokrystalicznej i średniokrystalicznej ze złóż pokładowych w Kosakowie (rejon Zatoki Gdańskiej) i Sieroszowicach (Monoklina Przedsudecka) oraz soli grubokrystalicznej z wysadu Mogilno. Reprezentatywne dla każdego rodzaju soli próbki przedstawia fig. 3.

### 3.1. Badania reologiczne

Próbki poddano wieloetapowym badaniom pełzania, w których wartość naprężeń efektywnych zmieniała się pomiędzy 5-15 MPa, a temperatura od 30°C-50°C. Fig. 4-8

przedstawiają przebieg procesu pełzania (dla podanych na rysunkach wartości naprężeń efektywnych i temperatury) dla pięciu próbek, które w następnym etapie zostały poddane badaniom petrologicznym.

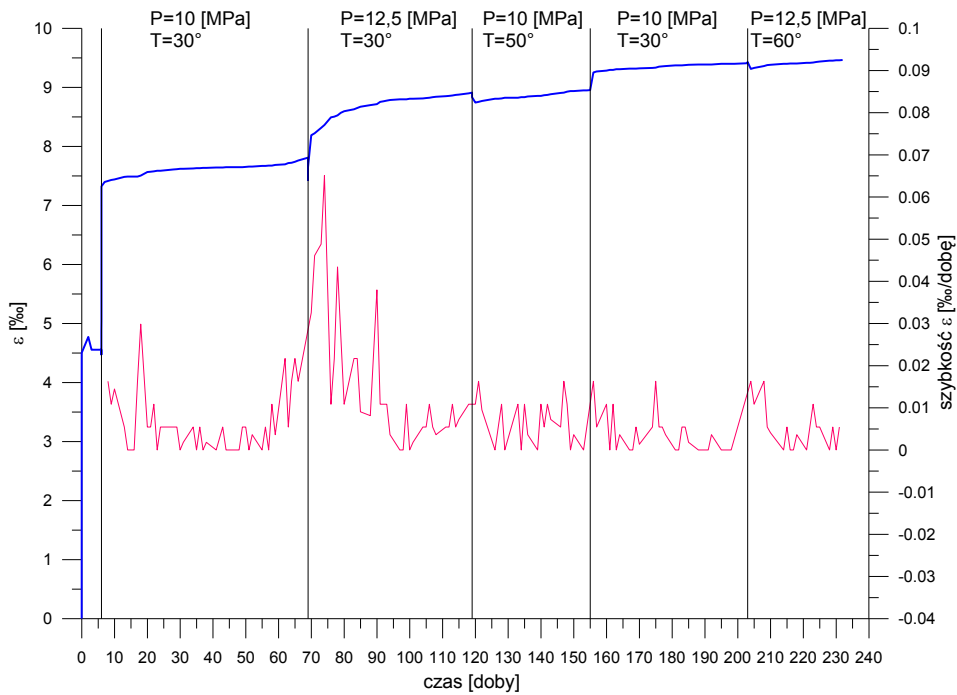


Fig. 4. Krzywe pełzania drobnokrystalicznej soli kamiennej K-1

Fig. 4. Creep curves of fine-grained rock salt K-1

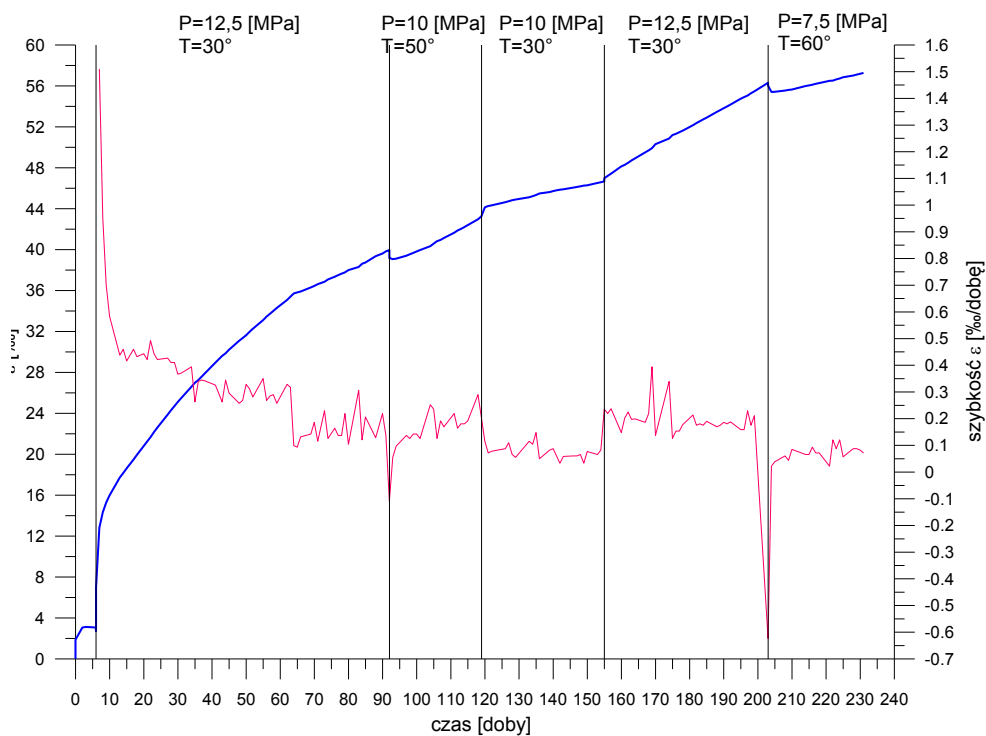


Fig. 5. Krzywe pełzania średniokrystalicznej soli kamiennej S-1

Fig. 5. Creep curves of medium-grained rock salt S-1

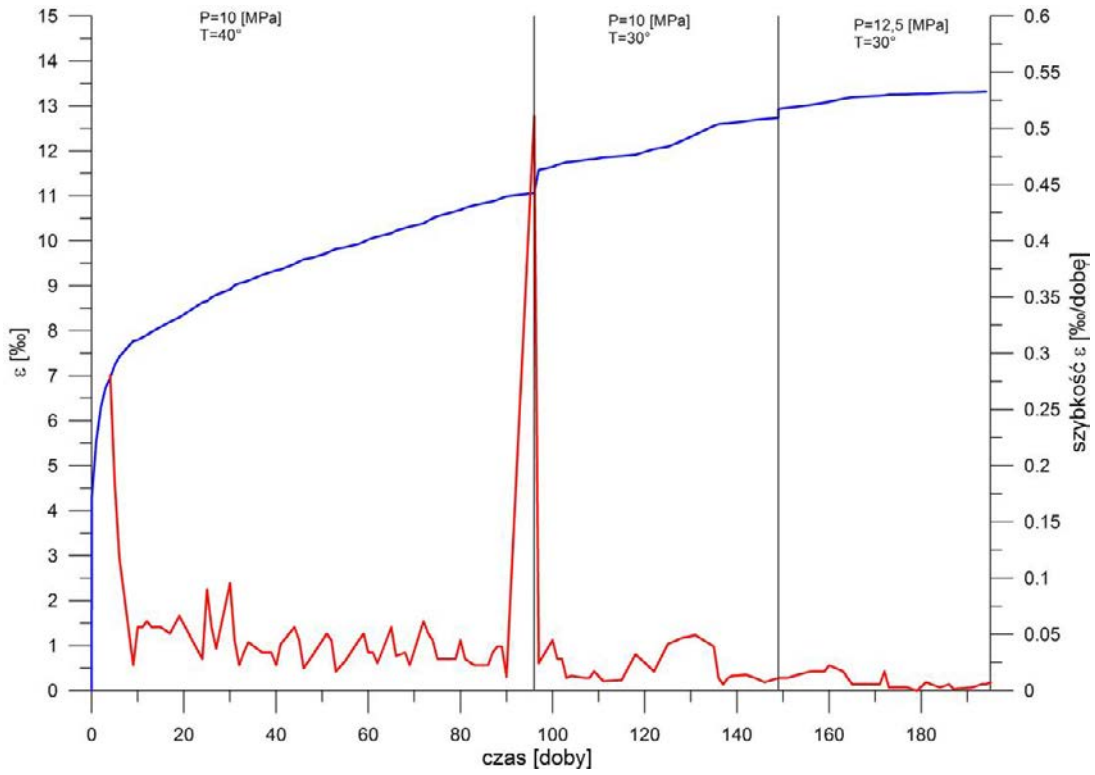


Fig. 6. Krzywe pełzania średniokrystalicznej soli kamiennej S-2

Fig. 6. Creep curves of medium-grained rock salt S-2

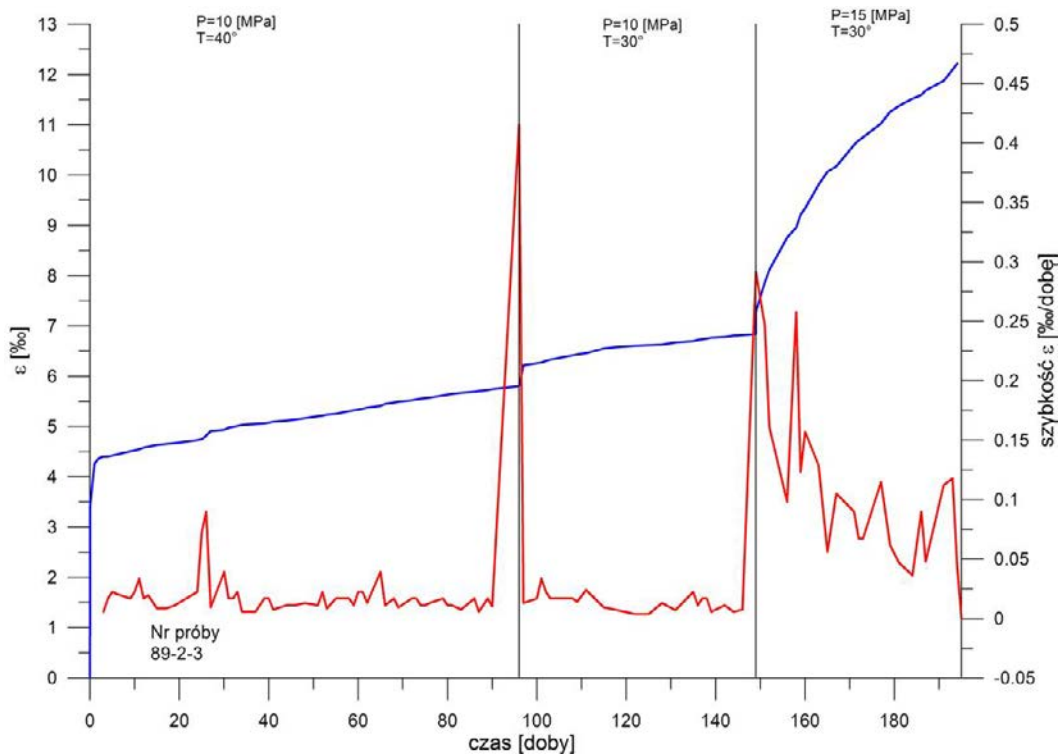


Fig. 7. Krzywe pełzania średniokrystalicznej soli kamiennej S-3

Fig. 7. Creep curves of medium-grained rock salt S-3

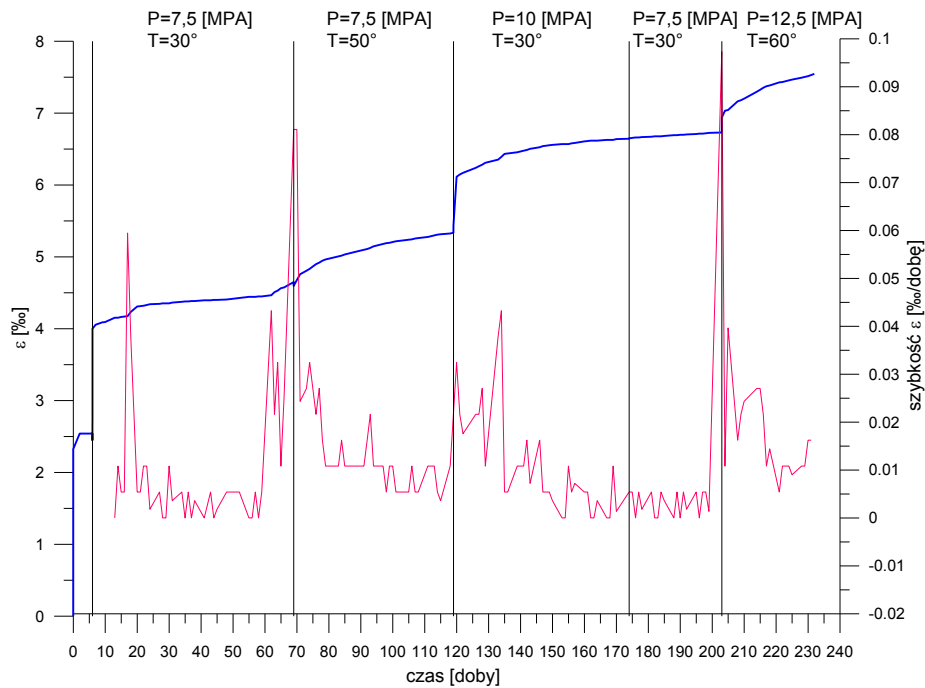


Fig. 8. Krzywe pełzania grubokrystalicznej soli kamiennej M-1  
Fig. 8. Creep curves of coarse-grained rock salt M-1

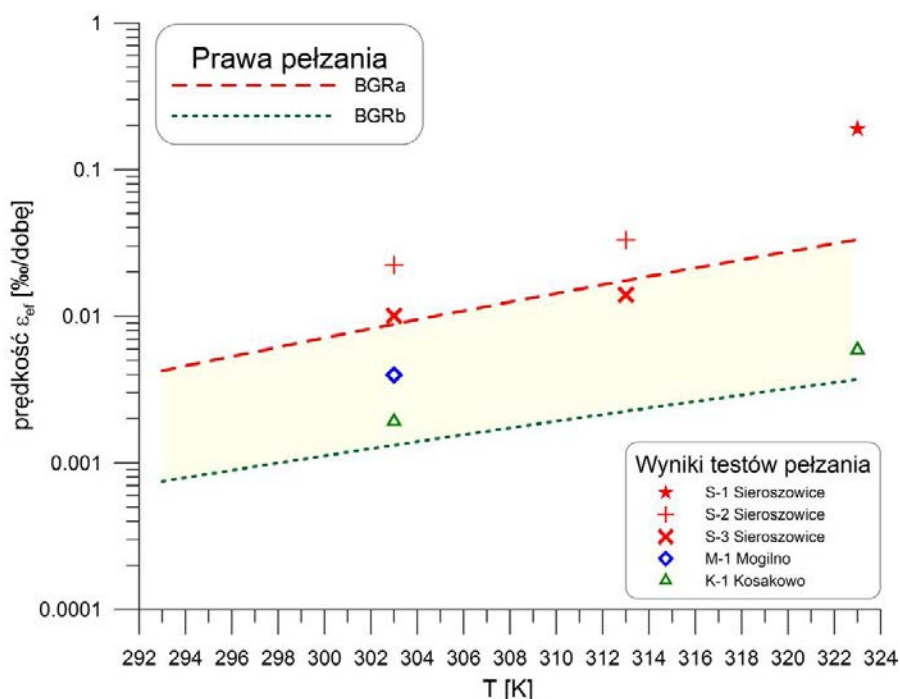
Prędkości pełzania poszczególnych prób wyznaczono dla przedziałów czasowych, w których proces pełzania był stacjonarny. Wykorzystano dwie metody: metoda 1 jako średnią wartość prędkości pełzania oznaczonych na rysunkach linią

czerwoną oraz metoda 2 jako nachylenie stycznej do krzywej pełzania oznaczonej na rysunkach linią niebieską. Wyznaczone prędkości pełzania i przedziały aproksymacji zestawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Prędkość pełzania stacjonarnego uzyskana przy naprężeniach i temperaturach, dla których wyznaczono wartości współczynników prawa pełzania Nortona

Table 1. Stationary creep rate at stress and temperature conditions under which coefficients of the Norton creep law were determination

Nr próbki	Ciśnienie [MPa]	Temp. [K]	Przedział aproksymacji [dni]	Prędkość pełzania stacjonarnego [%/dobę]	
				Metoda 1 (przeciętna prędkość)	Metoda 2 (nachylenie stycznej)
S-1	10	323	105-118	0,19475	0,18466
	10	303	136-154	0,06256	0,06125
	12,5	303	176-199	0,18047	0,18303
S-2	10	313	60-90	0,03424	0,03204
	10	303	136-146	0,01948	0,02518
	12,5	303	184-195	0,00398	0,00254
S-3	10	313	60-90	0,01483	0,01310
	10	303	136-146	0,01069	0,00942
	15	303	184-195	0,07081	0,06285
M-1	7,5	323	94-115	0,00800	0,00728
	10	303	147-170	0,00388	0,00408
	7,5	303	178-199	0,00290	0,00276
K-1	12,5	303	101-118	0,00648	0,00581
	10	323	127-154	0,00618	0,00565
	10	303	176-199	0,00186	0,00198



**Fig. 9** Szybkości pełzania badanych próbek w zależności od temperatury oraz szybkości wynikające z praw BGRa i BGRb przy naprężeniach efektywnych  $\sigma_{ef} = 10$  MPa

**Fig. 9** Stationary creep rate of tested samples vs. temperature and stationary creep rate resulting from the BGRa and BGRb creep laws under effective stress  $\sigma_{ef} = 10$  MPa

W związku z tym, że przedstawione rezultaty pochodzą z różnych etapów badawczych bezpośrednie porównanie rezultatów nie jest proste ze względu na różne wartości ciśnień i temperatury prowadzenia testów. Jediną parą parametrów, dla której przebadano wszystkie próbki była temperatura 30°C tj. 303K i naprężenie efektywne 10MPa. Tym niemniej na podstawie rezultatów można stwierdzić, że najwolniej pełzły sole drobnokrystaliczne, nieco szybciej sole grubokrystaliczne (kryształowe). Natomiast zdecydowanie najszybciej jedna z próbek soli średnikrystalicznych. Jednak zachowanie to nie było spowodowane uszkodzeniem prób podczas obróbki.

Uzyskane szybkości pełzania stacjonarnego (średnia z dwóch metod aproksymacji) na tle znanych praw pełzania BGRa i BGRb przy naprężeniach 10 MPa przedstawia fig. 9.

Prawo BGRa (będące w zasadzie prawem pełzania Nortona) reprezentuje zgodnie z kryteriami niemieckimi sole szybkopełznące, natomiast BGRb (będące superpozycją dwóch praw Nortona) sole wolnopełznące (Hunsche, 1991, 1993).

### 3.2. Badania petrograficzne

Badania petrograficzne polegały na obserwacjach mikroskopowych szlifów wykonanych z prób dla których przeprowadzono powyżej opisane badania reologiczne. Preparaty wykonano w formie płytek „grubych” o grubości od 1 do 2 mm. Płytki uzyskano w wyniku wycięcia przy użyciu piły wolnoobrotowej Minitom firmy Struers, które następnie obustronnie szlifowano i polerowano. Obserwacje mikroskopowe przeprowadzono na mikroskopie Olympus BX51 wyposażonym w kamerę DP12.

Badane próbki, oprócz wielkości kryształów halitu, różnią się w znacznym stopniu innymi cechami petrologicznymi. Na uwagę zasługuje próbka soli drobnokrystalicznych pochodząca z Kosakowa. Zawiera miejscami znaczne ilości inkluzji pierwotnych (Fig. 10A). Inkluzje te tworzą zespoły obejmujące jedynie fragmenty kryształów halitu podczas gdy pozostałe jego części są całkowicie pozbawione inkluzji. Zespoły inkluzji pierwotnych złożone są z inkluzji bardzo regularnych, sześciennych (Fig. 10B) typowych dla halitu. Ich rozmiary wahają się od kilku mikrometrów do około 50  $\mu\text{m}$ .

Drugi typ zespołów inkluzji fluidalnych tworzą inkluzje występujące na granicach kryształów halitu (Fig. 10C). Posiadają one zróżnicowane kształty i rozmiary. Najczęściej są to inkluzje wypełnione solanką o kształtach rurkowatych i średnicach do kilku mikrometrów, powyginanych oraz połączonych ze sobą w sieć (Fig. 10C). Miejscami kształt tych inkluzji przechodzi w bardziej prostoliniowy oraz otoczone są małymi (rzędu kilku mikrometrów) inkluzjami izometrycznymi. Rzadziej pojawiają się zespoły nieco większych inkluzji (do 20  $\mu\text{m}$ ), najczęściej wypełnionych fazą gazową lub ciekło-gazową z przewagą fazy gazowej. W niewielkiej ilości towarzyszą im inkluzje wypełnione roztworem (Fig. 10C).

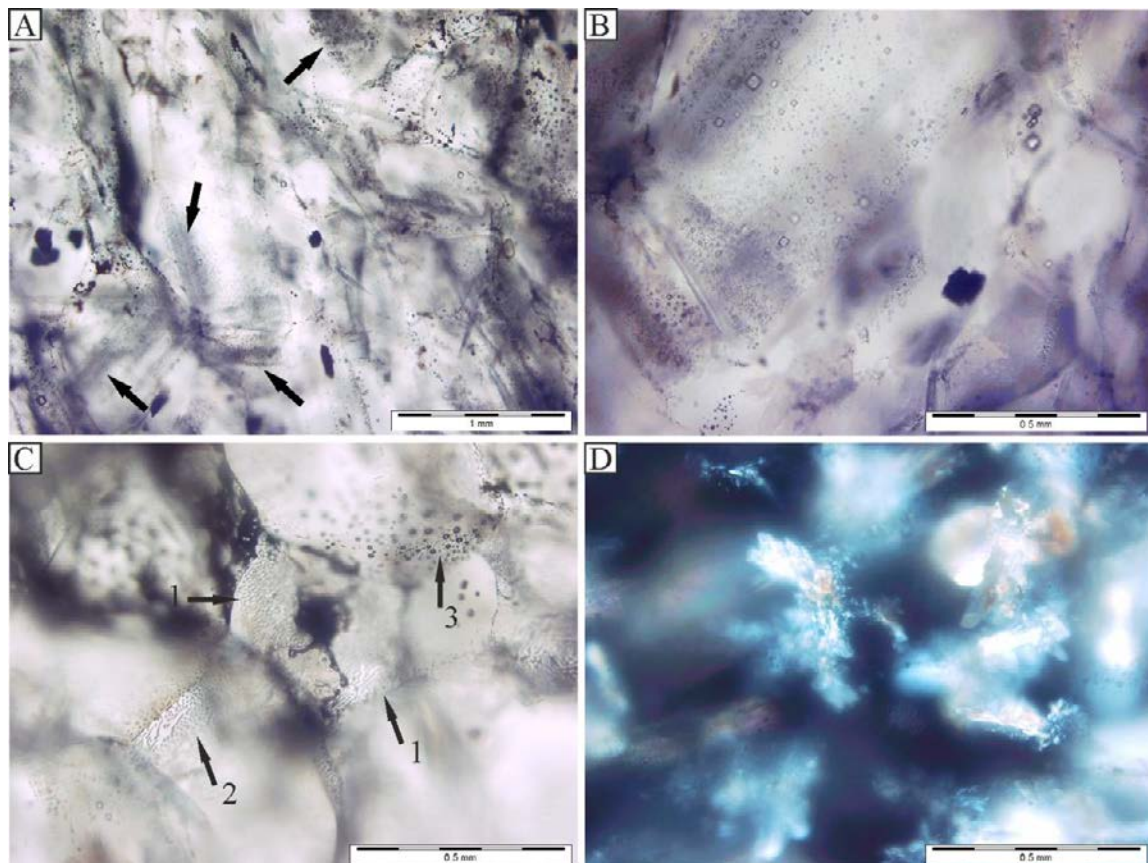
Charakterystyczną cechą analizowanej próbki jest częste występowanie drobnych (do 200  $\mu\text{m}$ ), często gęsto upakowanych, promienistych skupień polihalitu i/lub anhidrytu (Fig. 10D). Skupienia rozmieszczone są bezładnie i stosunkowo równomiernie jednak brak ich w miejscach występowania inkluzji pierwotnych.

Próbki soli średnio- (Sieroszowice – monoklina przedsudecka) i grubokrystalicznych (wysad Mogilno) pomimo odmiennej lokalizacji posiadają wiele wspólnych cech petrologicznych. Kryształy halitu na ogół są czyste, przezroczyste, (Fig. 11A) a w przeciwieństwie do wyżej opisanych drobnokrystalicznych nie posiadają zespołów inkluzji pierwotnych. Bardzo rzadko natomiast, pojawiają się zespoły inkluzji wtórnych (Fig. 11A), ciekło-gazowych najczęściej z przewagą fazy gazowej. Posiadają one obłe kształty niekiedy wydłużone zgodnie z przebiegiem całego zespołu. Inkluzje głównie zgromadzone są na granicach kryształów halitu (Fig. 11B). W porównaniu z próbką soli drobnokrystalicznych posiadają znacznie większe rozmiary (do 0,5 mm) oraz bardzo nieregularne, obłe kształty charakterystyczne dla soli zrekrytalizowanych i z cechami wskazującymi na proces migracji granic ziarn (Den Brook et al. 1999). Są to najczęściej inkluzje ciekłe, silnie spłaszczone.

Na uwagę zasługuje próbka z Sieroszowic S2 o wysokim tempie pełzania (Tab. 1). W jej obrębie miejscami odnotowa-

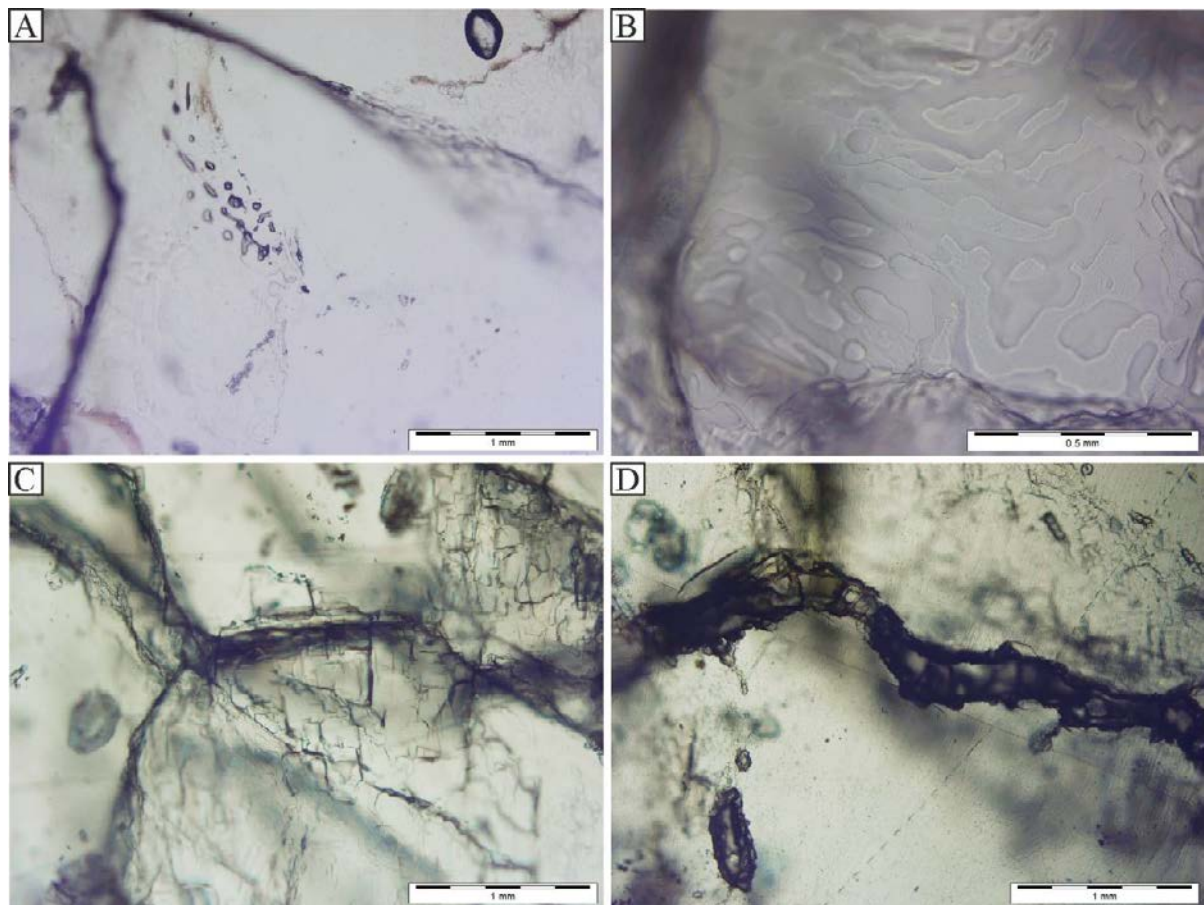
no występowanie granic kryształów halitu o charakterystycznym poszarpanym i schodkowym przebiegu. Kryształy halitu pozbawione były inkluzji fluidalnych (Fig. 11C). W próbce tej pojawiają się także rozwarte granice pomiędzy kryształami halitu (Fig. 11D), co nie było obserwowane w innych próbkach.

Zanieczyszczenia w obu typach soli stanowi anhydryt. W solach średniokrystalicznych kryształy anhydrytu mają mniejsze rozmiary (do 0,2 mm) niż w solach grubokrystalicznych. Są one rozsiane równomiernie lub niekiedy tworzą smugi oraz niewielkie skupienia (Fig. 12A). Najczęściej anhydryt posiada zarysy automorficzne lub nieco rzadziej hipautomorficzne w postaci krótkich słupków. W niektórych skupieniach pojawiają się kryształy ksenomorficzne o obłych kształtach, wykazujące rozmycia. W solach grubokrystalicznych kryształy anhydrytu posiadają rozmiary do ponad 1 mm (Fig. 12B). Ich zarysy są automorficzne w formie płytek lub słupków.



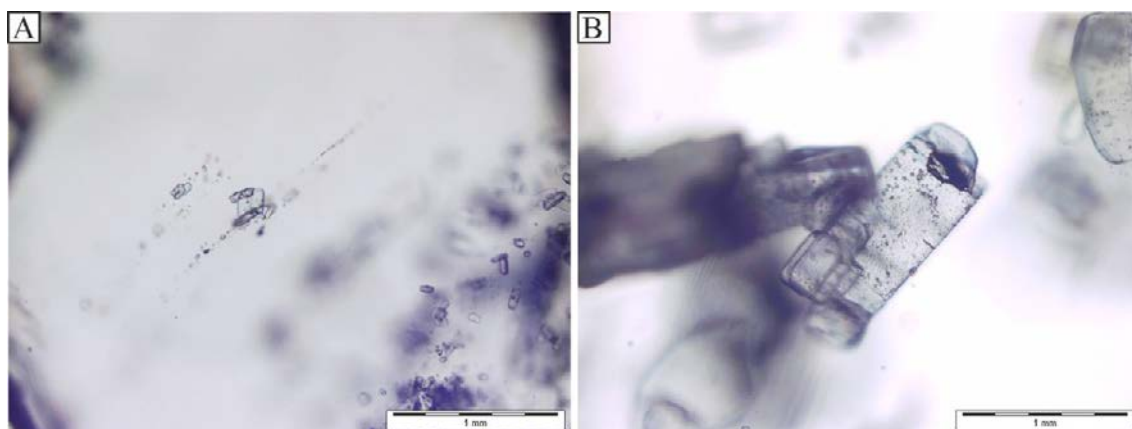
**Fig. 10.** A) Rozmieszczenie zespołów inkluzji pierwotnych (szare obszary zaznaczone strzałkami) w kryształach halitu. B) Zespół inkluzji pierwotnych otoczony obszarami bez inkluzji. C) Zespoły inkluzji na granicach kryształów halitu (1 – rurkowate inkluzje, połączone w sieć; 2 – rurkowate, prostolinijne inkluzje, otoczone małymi, izometrycznymi inkluzjami; 3 – większe obłe, ciekło-gazowe lub rzadziej ciekłe inkluzje). D) Skupienia polihalitu i anhydrytu w obrębie kryształów halitu.

**Fig. 10.** A) Distribution of primary fluid inclusions assemblages (FIA) (grey areas marked by arrows) in halite crystals. B) Fluid inclusions assemblage surrounded by clean areas. C) FIA on the boundary of halite crystals (1 – pipe-like inclusions, in the form of nest; 2 – pipe-like, rectilinear inclusions surrounded by small, isometric inclusions; 3 – large inclusions of rounded shapes, filled with liquid-gas phase or seldom with liquid phase). D) Concentration of polyhalite and anhydrite in halite crystals.



**Fig. 11.** A) Zespół inkluzji wtórnych lub pseudowtórnych w czystym kryształ halitu. B) Inkluzje na granicach kryształów halitu. C) Poszarpane, schodkowe granice kryształów halitu w próbce S2. D) Rozwarte granice pomiędzy kryształami halitu.

*Fig. 11. A) Secondary or pseudo-secondary fluid inclusions assemblage in clean halite crystal. B) Fluid inclusions occurring on the halite boundaries. C) Jagged and steeped boundaries of halite crystals in sample S2. D) Open borders between halite crystals.*



**Fig. 12.** A) Wrostki anhydrytu w kryształ halitu w solach średniokrystalicznych. B) Wrostki kryształów anhydrytu w kryształ halitu w solach grubokrystalicznych.

*Fig. 12. A) Inclusions of anhydrite crystals inside the halite crystal in middle-grained salts. B) Inclusions of anhydrite crystals inside the halite crystal in coarse-grained salts.*



#### 4. PODSUMOWANIE

Badane sole są bardzo zróżnicowane pod względem pełzania stacjonarnego. Sól z Kosakowa zaliczyć można do soli wolnopełzających (BGRb). Szybkość pełzania pozostałych soli jest albo zbliżona do prędkości soli szybkopełzających opisanych prawem BGRa, bądź jak w przypadku próbki S1 znacznie je przekracza.

Próbka soli drobnokrystalicznych charakteryzująca się najmniejszym tempem pełzania wyróżnia się przede wszystkim dużą ilością, stosunkowo równomiernie rozproszonych zanieczyszczeń (polihalit i/lub anhydryt) oraz obecnością licznych inkluzji pierwotnych. Mniejsze tempo pełzania może być prawdopodobnie związane z zanieczyszczeniami wpływającymi na wzmocnienie struktury skały (Liang i in., 2007; Lankof, 2010). Wpływ inkluzji pierwotnych w tym przypadku jest trudny do oszacowania. Prawdopodobnie inkluzje pierwotne nie mają wpływu na proces pełzania lub ich wpływ jest znikomy w porównaniu z wpływem zanieczyszczeń. Ponadto, obserwacje wykonane po badaniach reologicznych wskazują, że inkluzje pierwotne nie uległy deformacjom, co może potwierdzać tezę o ich nieznacznym wpływie. Jednak problematyka związana z wpływem inkluzji pierwotnych na reologiczne własności soli wymaga dalszych szczegółowych badań szczególnie w kontekście ilości zanieczyszczeń.

Sole średnio- i grubokrystaliczne posiadają podobne tempo pełzania, co wskazuje na brak korelacji pomiędzy wielkością kryształów halitu a tempem pełzania. Podobne są ich cechy petrologiczne związane z ilością i formą występowania zanieczyszczeń anhydrytem. W porównaniu z solą drobnokrystaliczną ilość zanieczyszczeń w solach średnio- i grubokrystalicznych jest mniejsza a kryształy anhydrytu większe.

Inną cechą mogącą mieć istotny wpływ na tempo pełzania jest obecność inkluzji na granicach kryształów halitu. W solach średnio i grubokrystalicznych są one liczne, spłaszczone i zajmują znaczną część powierzchni na granicach kryształów halitu, co dodatkowo osłabia wytrzymałość prób. Dodatkowo (np. w przypadku próbki S2) część inkluzji mogła zostać

uwolniona w trakcie testów pełzania, na co wskazują lokalnie zaobserwowane nierówne (poszarpane) powierzchnie na granicach kryształów.

Przeprowadzona wstępna analiza porównawcza pełzania soli i jej wykształcenia petrologicznego sugeruje, że dotychczasowa powszechnie przyjmowana koncepcja wpływu wielkości kryształów halitu na szybkość przebiegu procesu pełzania soli nie znajduje szerszego uzasadnienia.

Artykuł zrealizowano w ramach grantu HESTOR finansowanego przez NCBiR nr GEKON/O2/214140/23/2015.

#### LITERATURA / REFERENCES

- DEN BROK B., ZAHID M., PASSCHIER C. W., 1999 – Stress induced grain boundary migration in very soluble brittle salt. *Journal of Structural Geology* v. 21, p. 147-151.
- HUNSHE U., 1991 – True Triaxial Failure Tests on Cubic Rock Salt Samples – Experimental Methods and Results. *Proceedings of the IUTAM-Symposium – Hannover*. Springer: Berlin.
- HUNSHE U., 1993 – Uniaxial and Triaxial Creep and Failure Tests on Rock: Experimental Technique and Interpretation. *Time-dependent Behaviour of Geomaterials*. Udine, October 11-15.
- LIANG W., YANG C., ZHAO Y., DUSSEAU M.B., LIU J., 2007 – Experimental investigation of mechanical properties of bedded salt rock. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences* 44 (2007) 400–411
- LANKOF L., 2010 – Analiza odkształcalności i utraty masy zębów brunatnych w aspekcie składowania odpadów promieniotwórczych w środkowopolskich wysadach solnych. *Studia Rozprawy Monografie* 166. IGSMiE PAN 2010. ISBN 978-83-60195-93-2.
- SERBIN K., ŚLIZOWSKI J., URBAŃCZYK K., NAGY S., 2015 – The influence of thermodynamic effects on gas storage cavern convergence. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* Volume 79, 166–171.
- ŚLIZOWSKI J., 2006 – Geomechaniczne podstawy projektowania komór magazynowych gazu ziemnego w złożach soli kamiennej. IGSMiE PAN, Kraków.
- ŚLIZOWSKI J., URBAŃCZYK K. – Influence of effective stress on strain rate around the gas storing cavern. In: *Proceedings of the 6th Conference on the Mechanical Behavior of salt*. Hannover; 2007:363–368.