

# ЛАБОРАТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОБРАЗЦОВ СОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВЫЕ ГИДРАТЫ

И.И. Фадеева, М.Е. Пермяков,  
А.Д. Дучков, А.Ю. Манаков\*,  
А.А. Дучков, Н.А. Голиков,  
А.Н. Дробчик, Н.А. Манченко

*Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука, г. Новосибирск;  
\* Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, г. Новосибирск;*

# Природные газовые гидраты

Льдоподобные кристаллические соединения, образующиеся в определённых термобарических и геохимических условиях из воды и газа.

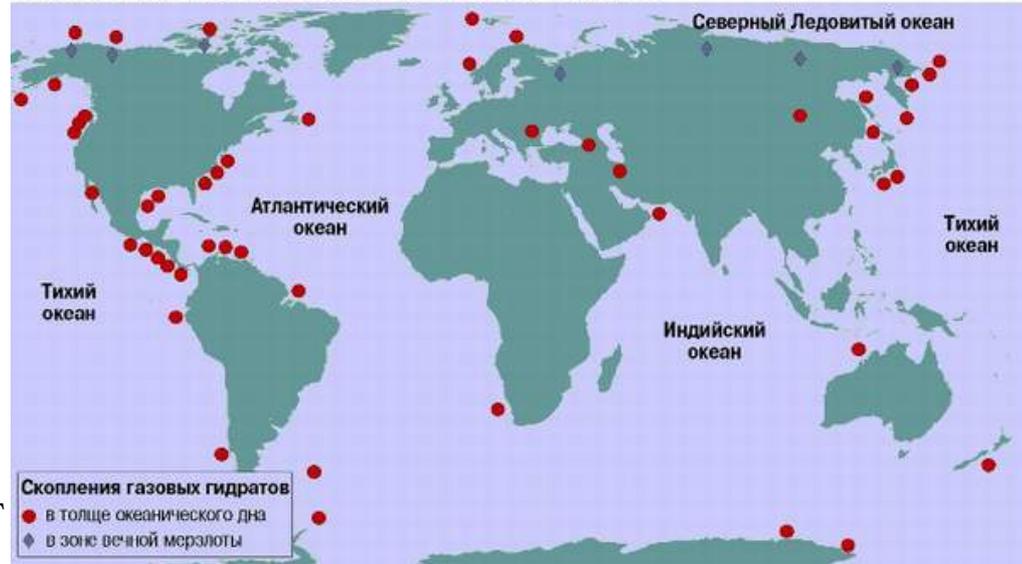
Плотность  $\sim 900 \text{ кг/м}^3$

Теплопроводность  $\sim 0.5 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$

Скрытая теплота пл.  $\sim 500 \text{ кДж/кг}$

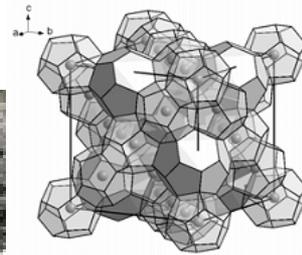
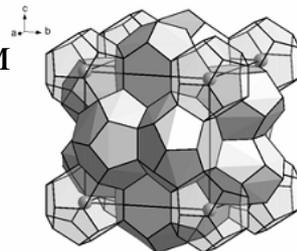
$1 \text{ м}^3$  воды связывает  $160 \text{ м}^3$  метана

Установленные и предполагаемые скопления газогидратов



Широко распространены географически и представляют интерес как резерв углеводородного сырья

Приурочены к придонным слоям глубоких водоемов, а также к областям криолитозоны



# Цели и задачи

Цель: лабораторное изучение физических свойств гидрат содержащих осадочных пород для разработки геофизических методов поиска и оконтуривания указанных газогидратных объектов

Задачи:

- Комплексное изучение физических свойств (включая акустические, электрические, тепловые и механические свойства) гидрат содержащих талых и мерзлых осадков грунтов.
- Выявление относительного изменения физических свойств образцов с разного рода веществами, заполняющими их поры (газ, вода, лед, газовый гидрат)

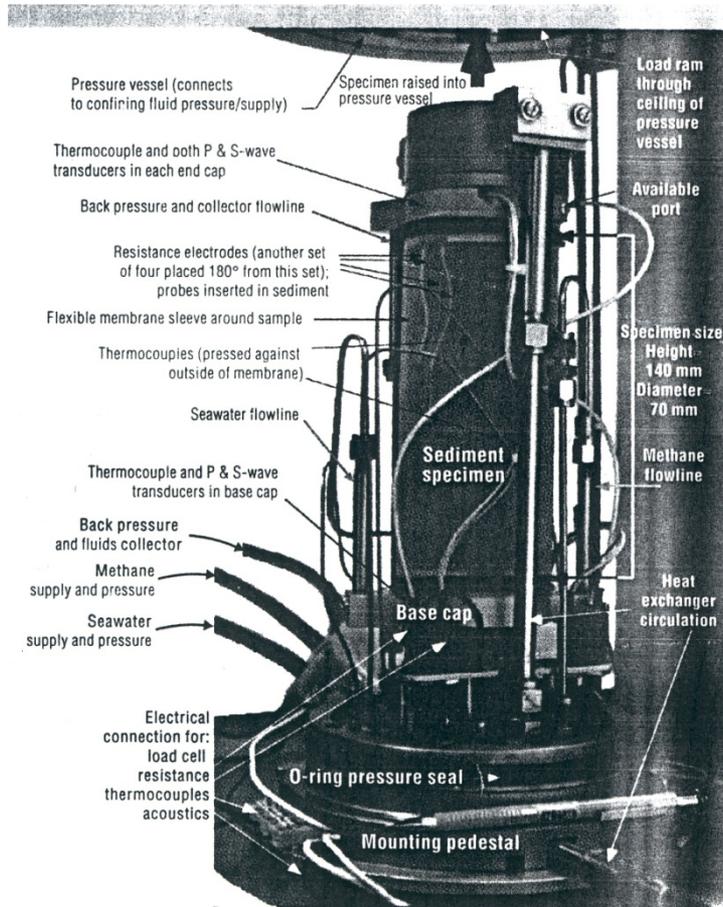
Многоцелевая установка, позволяющая изучать целый комплекс физических свойств, включая акустические, электрические, тепловые и механические свойства.

Аналоги:

США GHASTLI (Gas Hydrate And Sediment Test Laboratory Instrument)	[Winters et al., 2004]
Германия FLECAS (Field Laboratory Experimental Core Analysis System)	[Kulenkampff & Spangenberg, 2010]
Япония	[Uchida et al., 2003]
Китай	[Li, Y. H., et al. (2011)]

# Обзор

## GHASTLI (США)



Sediment specimen ready for insertion into GHASTLI. Specimen is raised into pressure vessel and sealed at the pedestal. Load ram (not shown) transmits load through heat exchanger and top cap to specimen as it travels downward from top of pressure vessel.

## FLECAS (Германия)

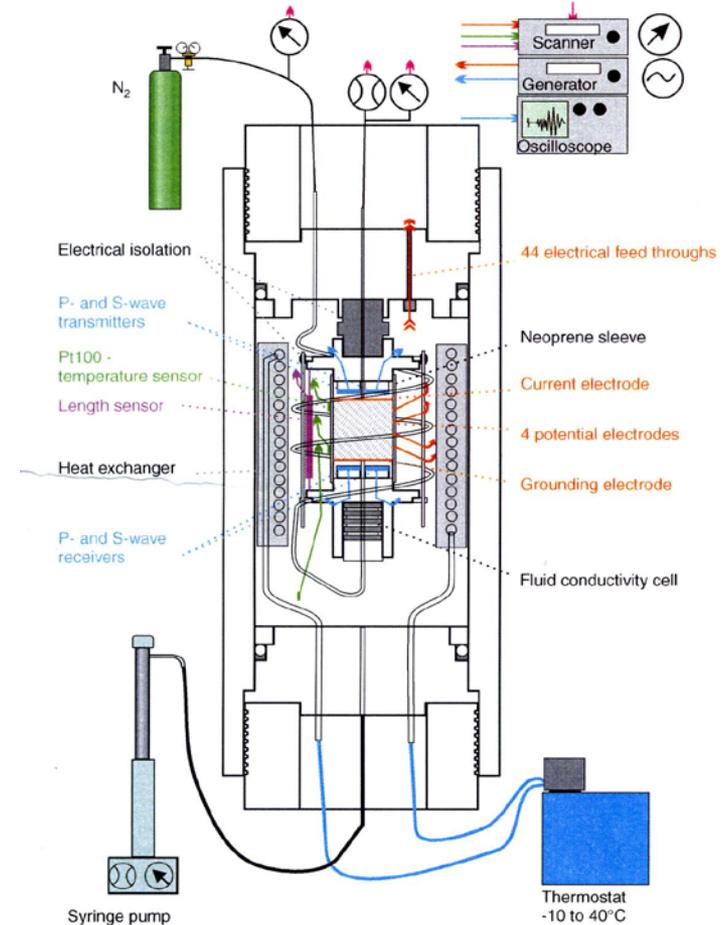


Figure 1. Schematic design of FLECAS.

Установка позволяет измерять температуру, электросопротивление, акустические свойства, трехосный сдвиг, прочность, проницаемость образцов при формировании/диссоциации в них газовых гидратов. В качестве образцов могут использоваться синтетические смеси и керны.

# План

Ключевые моменты в изучении физических свойств образцов содержащих ГГ:

## 1. Формирование ГГ

## 2. Измерение физических свойств ГГ

- Теплофизические свойства ГСО
- Электрические свойства мерзлых и талых осадков
- Автоматизация измерений для изучения переходных процессов
- Разработка акустической установки

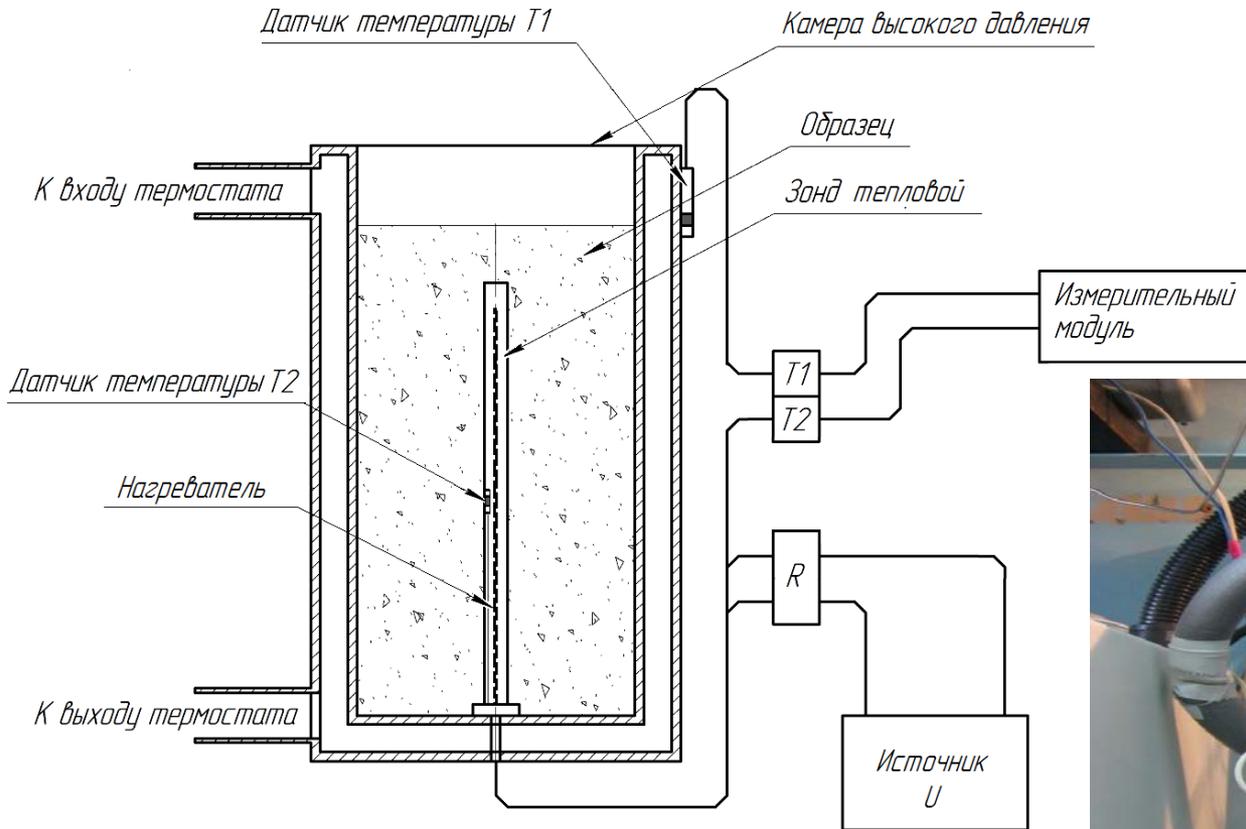
# Методики формирования гидратосодержащих образцов

1. Илистый осадок со дна Телецкого озера смешивается с водой (20% по массе)
2. Образец погружается в камеру высокого давления, далее в камеру запускается метан под давлением 90 атм.
3. Ячейка ставится на продолжительное время в холодильную камеру ( $T = 1^{\circ}\text{C}$ )



1. Камера высокого давления заполняется смесью кварцевого песка и ледового порошка
2. Далее камера заполняется газом под давлением 11 МПа
3. Температура смеси несколько раз подвергается фазовому переходу.

# Установка для измерения теплофизических свойств гидратсодержащих образцов

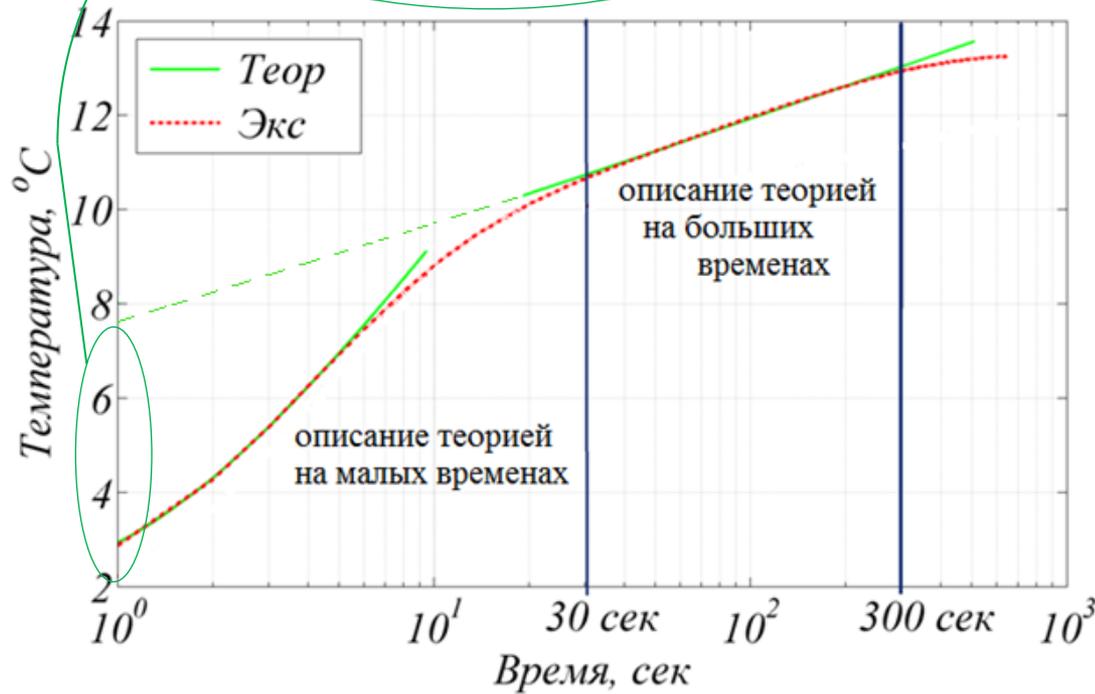


# Обработка экспериментальных термограмм

$$\lambda = \frac{Q}{4\pi} \cdot \frac{\ln(t_i/t_{i-1})}{T_i - T_{i-1}} \quad a = \frac{r_0^2}{4\sqrt{t_0}} \cdot \exp\left(\frac{D}{2A} + \gamma - \frac{\lambda}{r_0 H}\right) \quad \rho C = \frac{\lambda}{a}$$

Большие времена (R. Von Herzen и А. Maxwell):

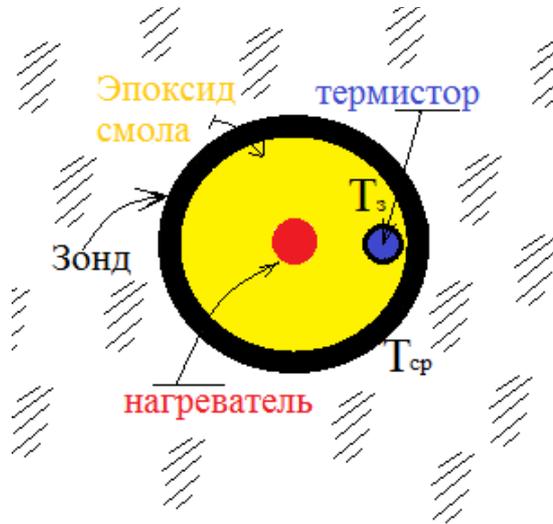
$$T(r, t) = \frac{Q}{4\pi\lambda} \ln(\hat{t}) + T_0 + \ln\left(\frac{4at_0}{Br_0^2}\right) + \frac{Q}{2\pi r_0 H} \quad \hat{t} = t/t_0$$



Малые времена:

$$T(t) \approx Z_1 t - Z_1 Z_2 t^2 + Z_1 Z_2 Z_3 t^{2.5} \quad H = Q \cdot \frac{Z_2}{Z_1}$$

# Новая методика определения тепловых свойств различных сред

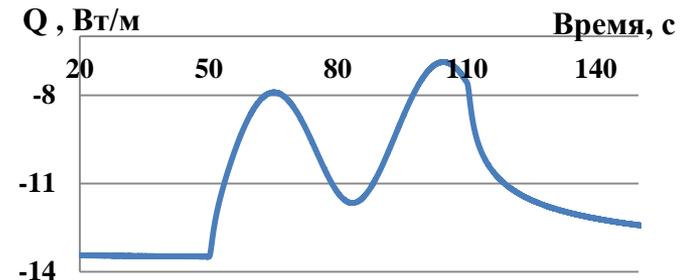
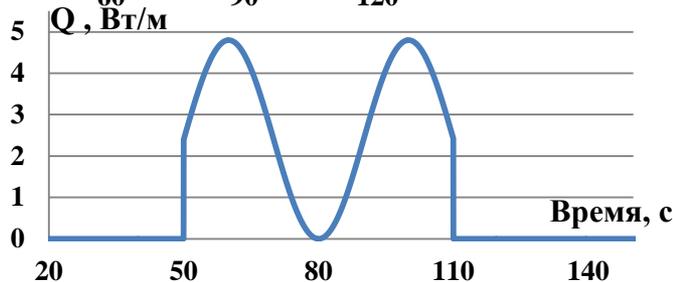
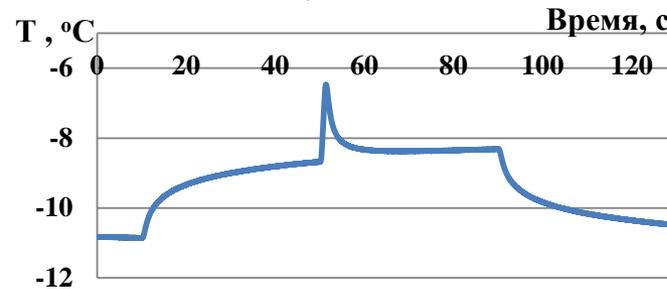
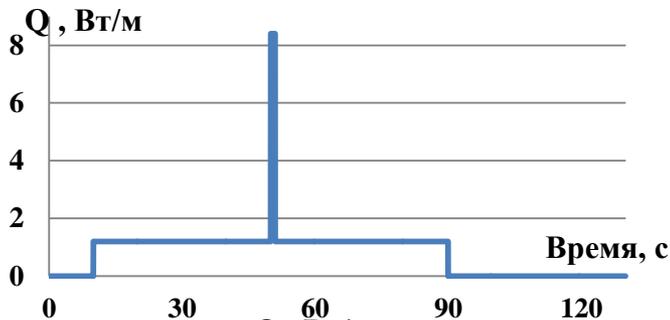


$$\frac{1}{a_{cp}} \frac{\partial T_{cp}(r,t)}{\partial t} = \frac{\partial^2 T_{cp}(r,t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T_{cp}(r,t)}{\partial r} \quad a_{cp} = \frac{\lambda_{cp}}{\rho c}$$

$$T|_{t=0} = 0 \quad T|_{r \rightarrow \infty} \rightarrow 0$$

$$-\lambda_{cp} \cdot \frac{\partial T_{cp}}{\partial r} \Big|_{r=r_0} \cdot 2\pi r_0 = Q(t) - \frac{M_3 c_3}{L} \cdot \frac{\partial T_3}{\partial t} = -R(t) \cdot 2\pi r_0$$

$$-\lambda_{cp} \cdot \frac{\partial T_{cp}}{\partial r} \Big|_{r=r_0} = H \cdot (T_3 - T_{cp})$$



# Новая методика определения тепловых свойств различных сред

$$\hat{T}(p) = \int_0^{\infty} T(r, t) \cdot e^{-pt} dt \quad p = \alpha + i \cdot \omega$$

$$z^2 \frac{\partial^2 \hat{T}_{cp}}{\partial z^2} + z \frac{\partial \hat{T}_{cp}}{\partial z} - (z^2 + \nu^2) \cdot \hat{T}_{cp} = 0 \quad \nu = 0 \quad z = \frac{r}{\beta}$$

$$\hat{T}_{cp} = C_0 \cdot K_0 \left( \sqrt{\frac{p}{a_{cp}}} \cdot r \right)$$

$$\hat{T}_{cp}(p) = - \frac{\hat{R}(p)}{\lambda_{cp} \sqrt{p/a_{cp}}} \cdot \frac{K_0 \left( \sqrt{p/a_{cp}} \cdot r_0 \right)}{K_1 \left( \sqrt{p/a_{cp}} \cdot r_0 \right)}$$

$$\hat{R}(p) = \frac{c_1 \cdot p}{2\pi r_0 L} \cdot \hat{T}_3(p) - \frac{1}{2\pi r_0} \cdot \hat{Q}(p)$$

$$\hat{T}_3(p) = \int_0^{\infty} T_3(t) \cdot e^{-pt} dt$$

$$\hat{Q}(p) = \int_0^{\infty} Q(t) \cdot e^{-pt} dt$$

$$H(p) = \frac{\hat{R}(p)}{\hat{T}_{cp}(p) - \hat{T}_3(p)} = f(\lambda_{cp}, \sqrt{a_{cp}}, p) = const$$

$$J(\lambda_{cp}, a_{cp}) = \sum_k \left| \overline{f(\lambda_{cp}, a_{cp})} - f(\lambda_{cp}, a_{cp}, p_k) \right|^2$$

# Тепловые свойства различных образцов

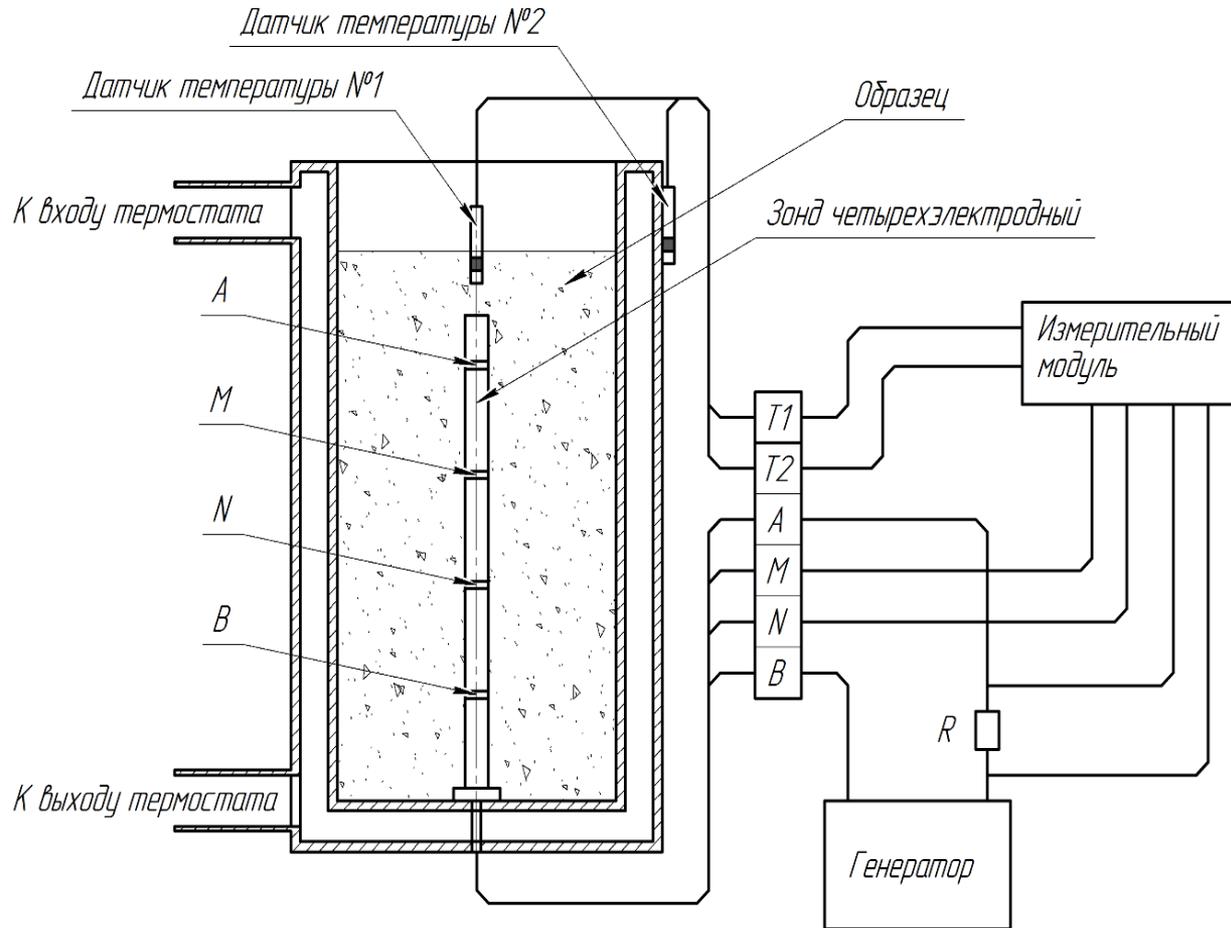
Образец	$\lambda$ , Вт/м/К	$a$ , м <sup>2</sup> /сек	$\rho C$ , кДж/м <sup>3</sup> /К
Сухой песок ( $T = 25^\circ\text{C}$ , $P = 1$ атм.)	0.29	$1.7 \cdot 10^{-7}$	1647
Водонасыщенный песок ( $W=0.2$ , $T = 25^\circ\text{C}$ , $P = 1$ атм.)	2.34	$6.9 \cdot 10^{-7}$	3360
Замороженный песок ( $W=0.2$ , $T = -15^\circ\text{C}$ , $P = 1$ атм.)	3.80	$2.0 \cdot 10^{-6}$	1900
Песок с гидратом ТГФ в порах ( $T = 2^\circ\text{C}$ , $P = 1$ атм.)	<b>2.18</b> (**3.0)	<b><math>1.1 \cdot 10^{-6}</math></b>	<b>2012</b>
Песок с метан гидратом ( $T = 2^\circ\text{C}$ , $P = 100$ атм.)	<b>0.52</b> (*0.55)	<b><math>2.5 \cdot 10^{-7}</math></b> (“ $2.7 \cdot 10^{-7}$ ”)	<b>2080</b>
Погрешности	$\pm 0.03$	$\pm 0.2 \cdot 10^{-7}$	

\*Huang & Fan, 2004

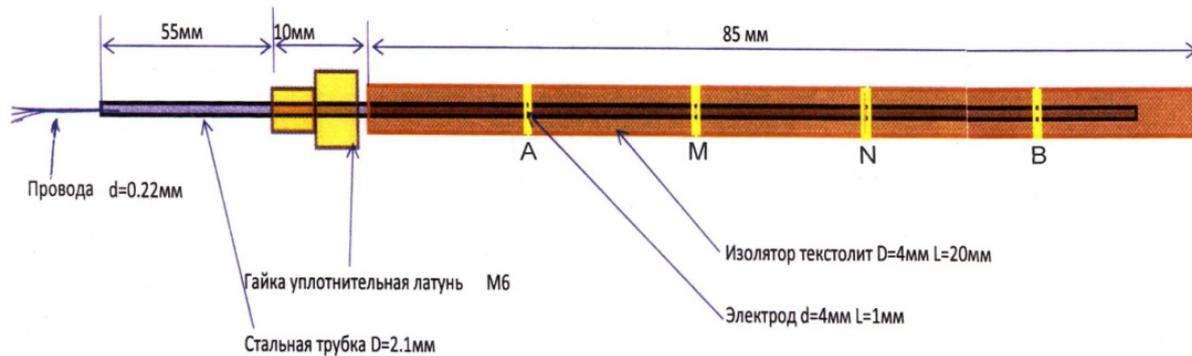
\*\*Douglas D. Cortes et al., 2009

“ P. Kumar et al., 2004

# Установка для измерения электросопротивления различных образцов



# Измерение УЭС



Для 4-х электродного игольчатого зонда используемого в наших экспериментах

$$r = r_{AM} = r_{MN} = r_{NB} = 20 \text{ мм}$$

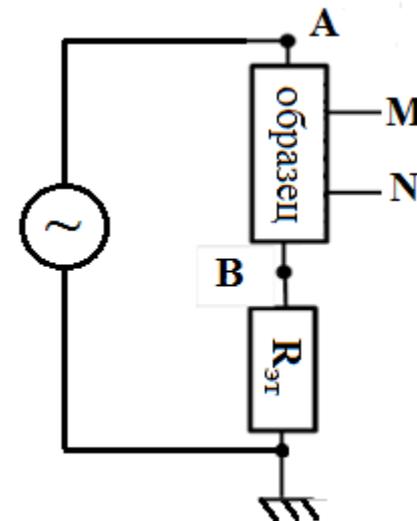
УЭС образца рассчитывается по формуле:

$$\rho = P \cdot 2\pi r \cdot \frac{\Delta U_{MN}}{I}$$

$P$  – геометрический калибровочный коэффициент зонда

$$I = \frac{\Delta U_B}{R_{\text{эт}}}$$

$\Delta U_B$  – напряжение между электродом В и землей,  $R_{\text{эт}} = 100 \text{ Ом}$  – сопротивление эталонного резистора



# Калибровка измерительной системы

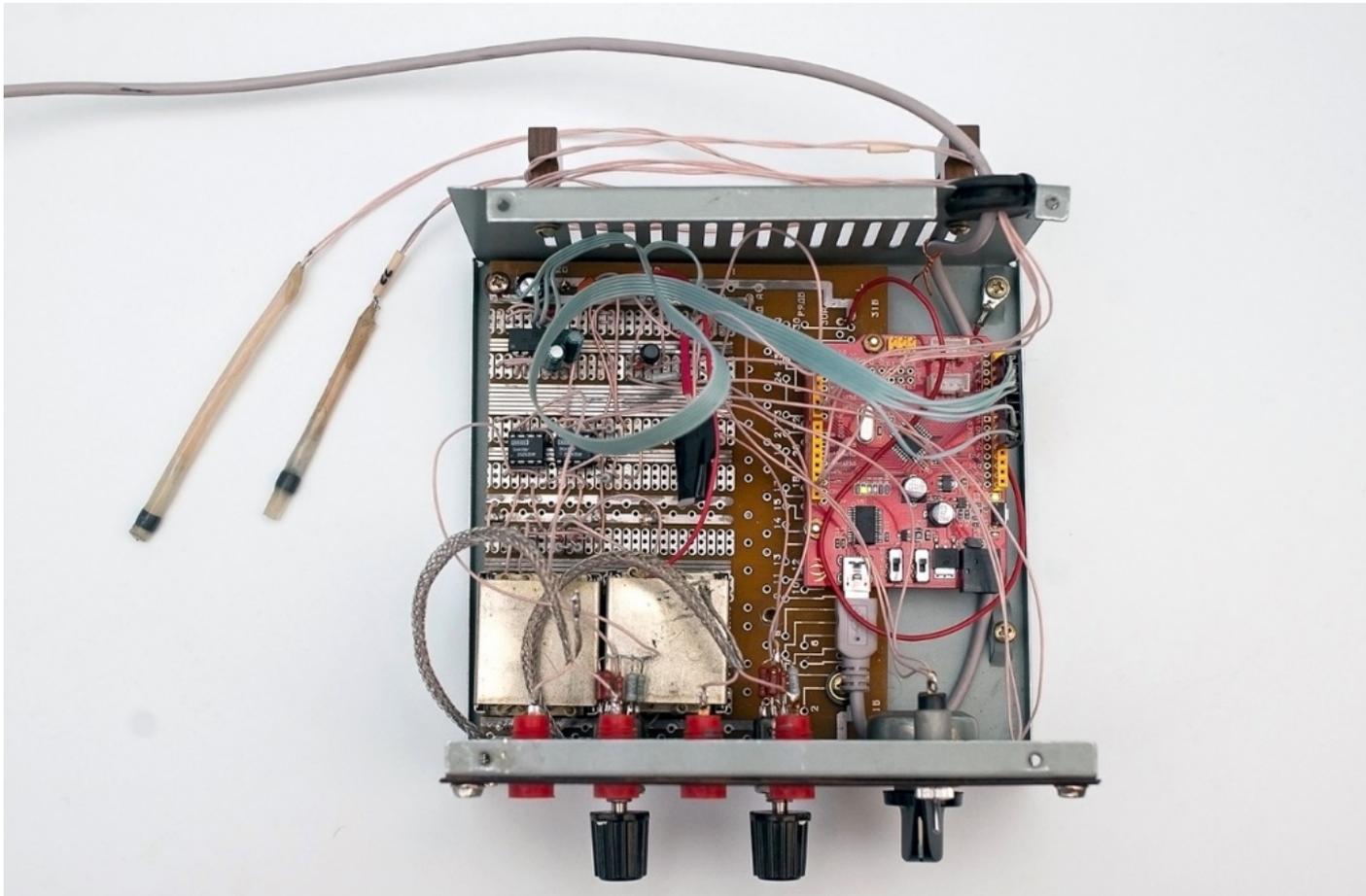
- для выбранного зонда определялся поправочного коэффициента  $P=1.4$ , который учитывает конечный диаметр зонда

$C$ , гр/л	УЭС изм, Ом*м	УЭС табл, Ом*м	$P$
0,1	19,20	56	1,46
0,2	9,65	26	1,35
0,3	6,54	18	1,38
0,4	4,87	14	1,44
0,5	3,93	11	1,4
0,7	2,87	8	1,39
1	2,03	5,5	1,35

- калибровка измерительного прибора

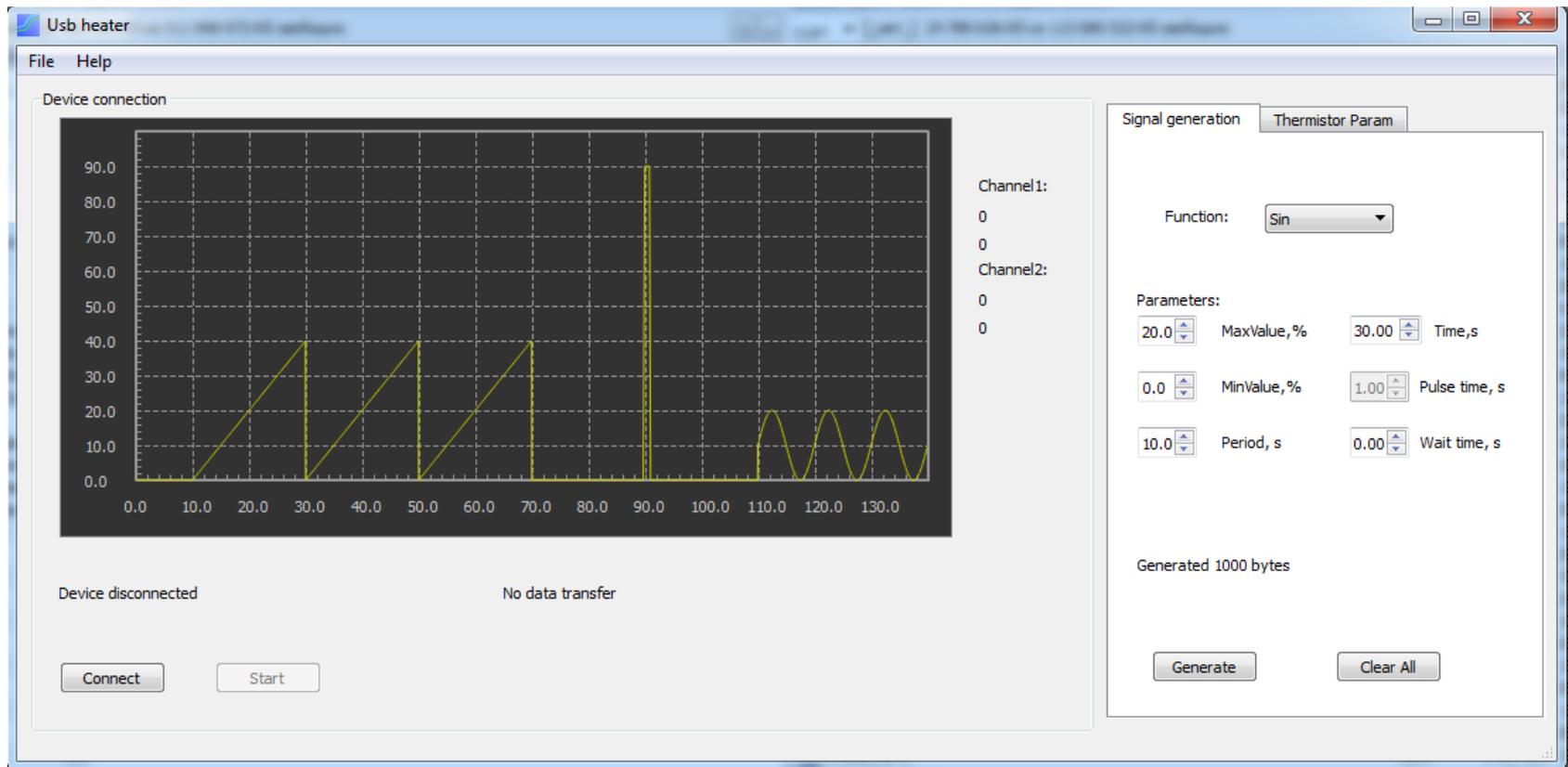
# Автоматизация электрических измерений

- 2 канала (АВ,МN) для измерения переменного напряжения в диапазоне от 12 В и ниже
- 2 канала измерения температуры в диапазоне  $-25^{\circ}\text{C}$  до  $+50^{\circ}\text{C}$
- Сбор и хранение данных на протяжении всего эксперимента (5-7 часов)



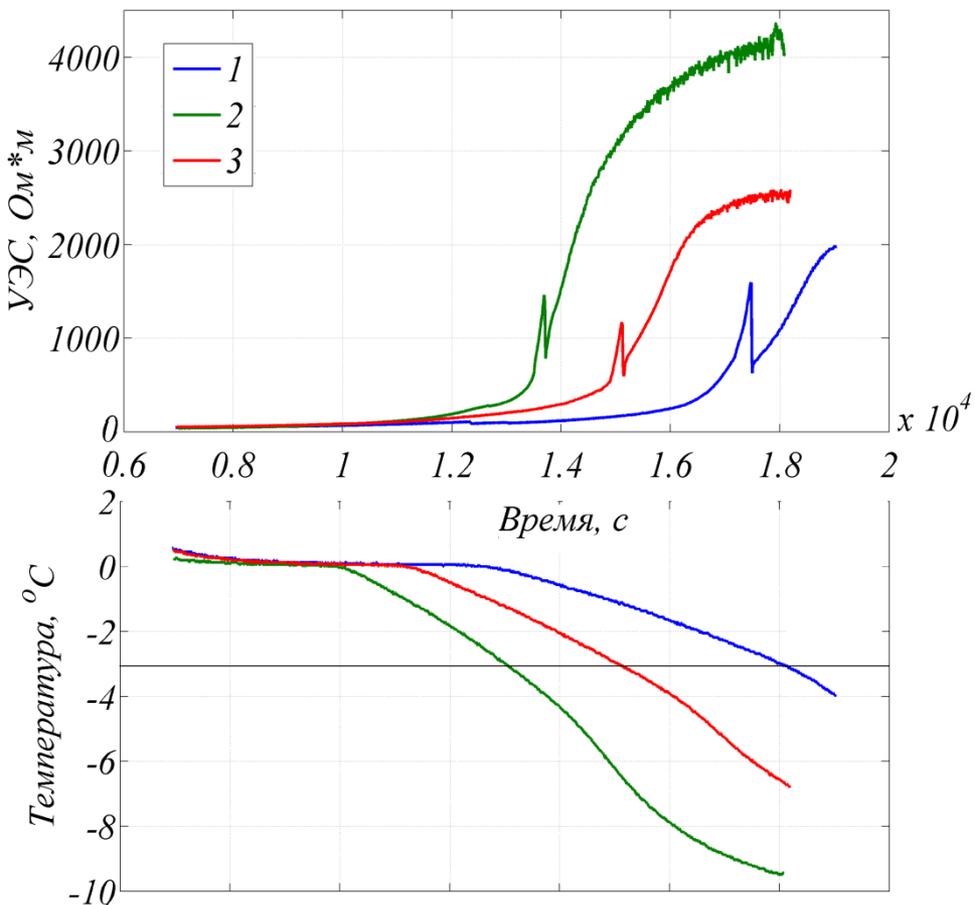
# Автоматизация теплофизических измерений

- Задание теплового сигнала произвольной формы
- 2 канала измерения температуры в диапазоне  $-25^{\circ}\text{C}$  до  $+70^{\circ}\text{C}$
- Сбор и хранение данных на протяжении всего эксперимента

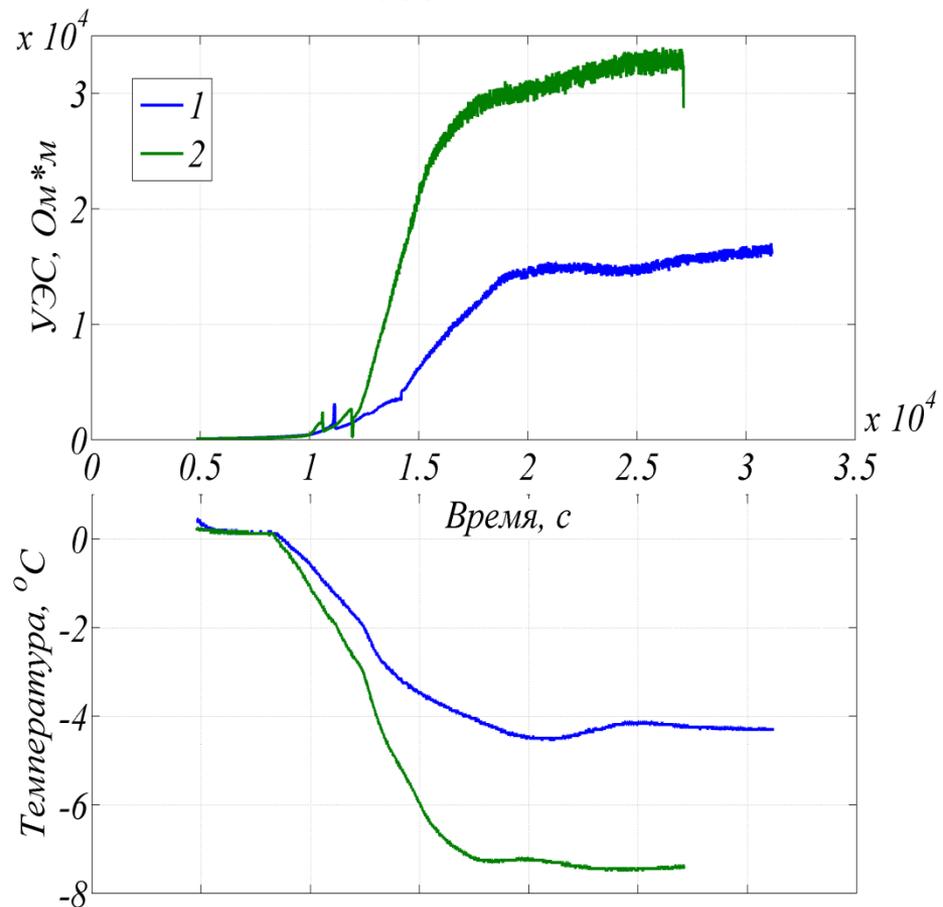


# Результаты измерения УЭС

## Осадок с Телецкого озера

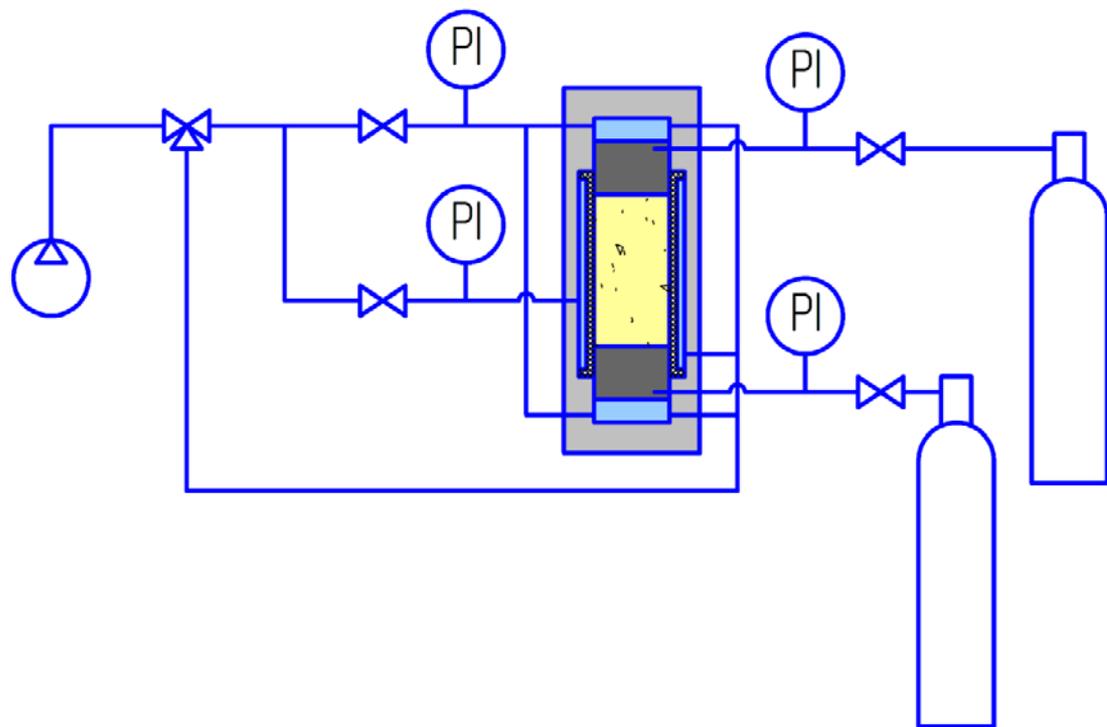


## Песок



Полное насыщение порового пространства раствором NaCl в дистиллированной воде ( $C=0.3$  г/л).

# Принципиальная схема установки для измерения упругих свойств гидратсодержащих образцов



## Характеристики установки:

Размеры рабочей камеры:

Цилиндр  $D = 30\text{мм}$

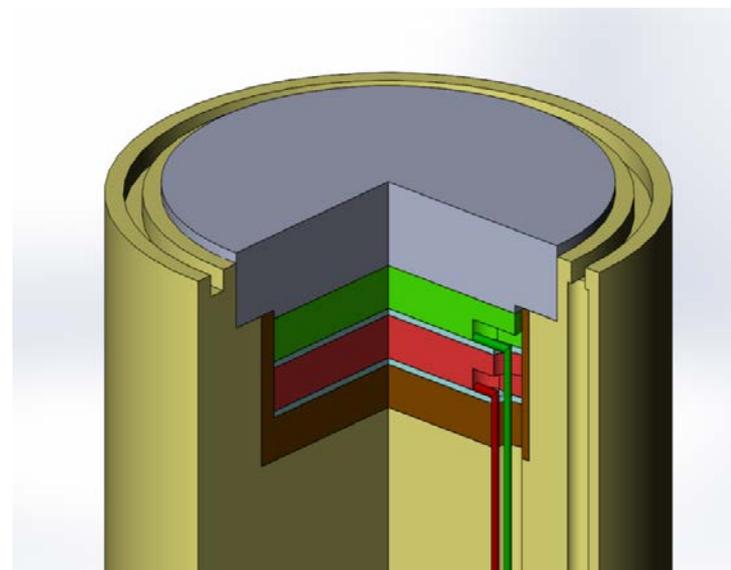
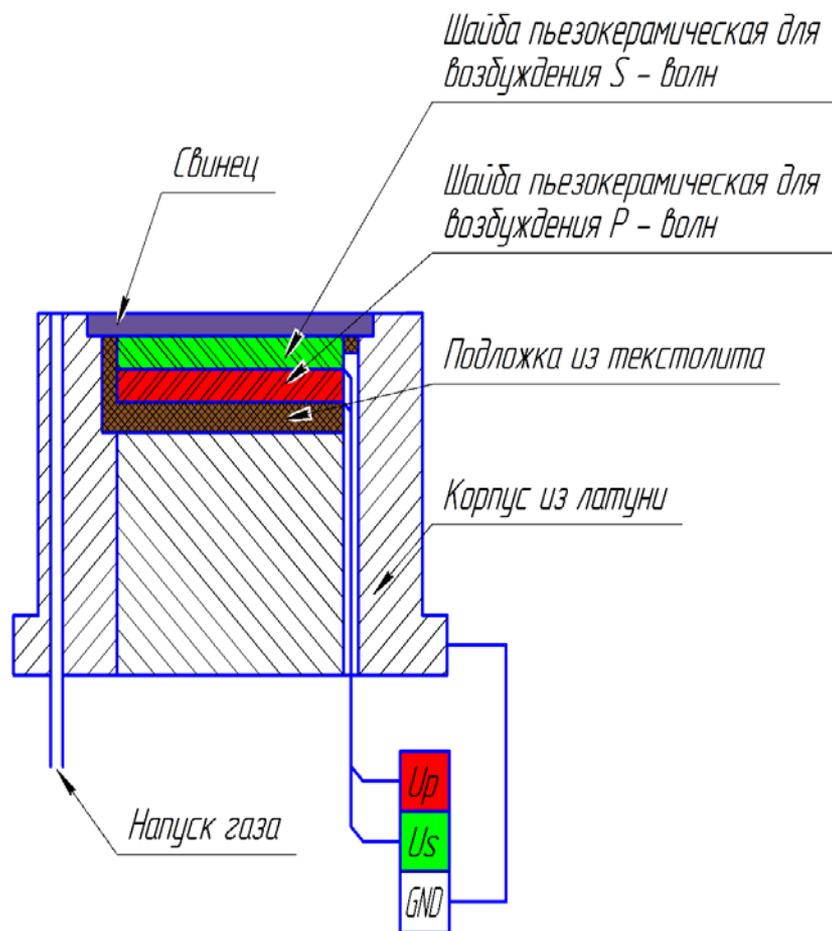
$L = 70\text{мм}$

Давление: от 1 до 50 Атм

Температура: от  $-15$  до  $+40\text{ }^{\circ}\text{C}$

Через пуансоны в рабочую камеру можно подавать газ и возбуждать акустические волны.

# Конструкция пуансона



# Аппаратура

- Конструкция пуансона

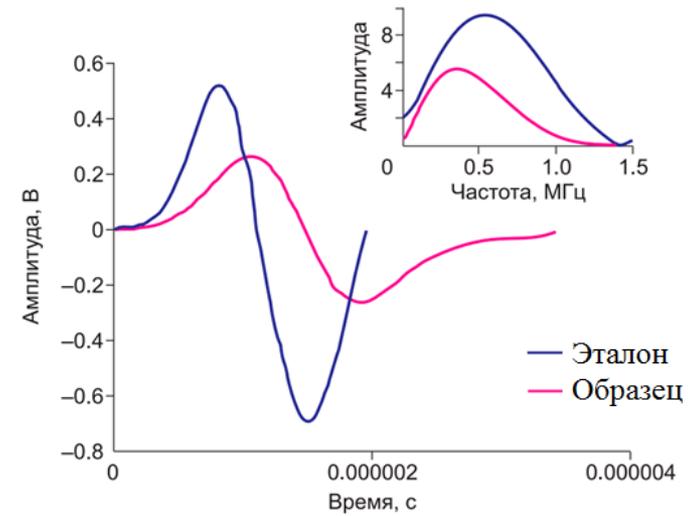
- излучаемые частоты: 300 - 700 кГц
- резонансная частота:  $75 \cdot 10^3$  кГц
- расчетная мощность: 1,8 Вт

- Генератор импульсов импульсов АКИП-3305

- выход до 300 В пик на нагрузке 50 Ом
- длительность импульса 40 нс

- Регистратор импульсов, цифровой осциллограф АКИП-4107/4

- частота дискретизации 500 МГц



# ВЫВОДЫ

- Созданы лабораторные установки, предназначенные для моделирования образцов, содержащих гидраты  $\text{CH}_4$  или  $\text{CO}_2$ , и измерения их тепло- и электропроводности.
- Проведена модификация различных узлов этих установок, направленных на расширение их возможностей.
- Подготовлена необходимая документация для построения (при наличии финансирования) третьей установки, ориентированной на измерение упругих свойств мерзлых и гидратсодержащих образцов. Построен макет измерительного зонда.
- В ходе изучения теплофизических свойств было установлено, что измерение *in situ* теплопроводности может быть полезно при поисках гидратсодержащих осадков.
- Планируется детальное изучение образцов имитирующих осадки мерзлых талых и гидрат содержащих пород

# Спасибо за внимание!

Исследования тепловых и электрических свойств гидратсодержащих осадков проводились при поддержке Интеграционных проектов СО РАН, а также грантов РФФИ №№ 05-05-64122-а, 08-05-00804-а, 12-05-00415-а, 12-05-31370(мол.).

Изготовление установки для изучения акустических свойств мерзлых и гидратсодержащих образцов поддерживается с 2014 г. грантом РФФИ № 14-17-00511.