

## ЛАБОРАТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОБРАЗЦОВ СОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВЫЕ ГИДРАТЫ

И.И. Фадеева<sup>1</sup>, А.Д. Дучков<sup>1</sup>, А.Ю. Манаков<sup>2</sup>, А.А. Дучков<sup>1</sup>, М.Е. Пермяков<sup>1</sup>, Н.А. Голиков<sup>1</sup>,  
А.Н. Дробчик<sup>1</sup>, Н.А. Манченко<sup>1</sup>,

<sup>1</sup>ФГБУН Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука СО РАН, Новосибирск, 630090, проспект Академика Коптюга, 3, e-mail: Fadeevall@ipgg.sbras.ru

<sup>2</sup>ФБГУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, 630090, Проспект Академика Лаврентьева, 3

Комплексное изучение физических свойств гидратсодержащих образцов, а именно, тепловых, электрических, акустических, может дать более полное представление о структуре данных образцов, их устойчивости, и позволит оценить возможности идентификации геофизическими методами газовых гидратов в осадочных породах. В данной работе описаны лабораторные установки, позволяющие моделировать гидратсодержащие образцы и измерять их физические свойства. Дается описание зондов, разработанных для изучения теплофизических, электрических, акустических свойств в этих установках. Проведена серия тестовых экспериментов, направленных на отработку методик моделирования гидратсодержащих образцов и измерения физических свойств этих образцов. Выполненные тестовые измерения показали, что созданные лабораторные установки в целом подготовлены для проведения экспериментов.

Для моделирования гидратсодержащих образцов осадочных пород и измерения их теплофизических, электрических и упругих свойств сотрудниками ИНХ СО РАН и ИНГГ СО РАН была разработана и изготовлена установка, основным блоком которой является стальная цилиндрическая камера высокого давления (до 13 МПа) внутренним объемом порядка 2 дм<sup>3</sup> [Дучков А.Д. и др., 2009]. Верх и низ камеры закрываются крышками (обтюраторами), которые уплотняются резиновыми и фторопластовыми кольцами. При этом чем выше давление в камере, тем лучше уплотнение. Обтюраторы содержат несколько герметичных входов, через которые осуществляется связь с размещенными в камере измерительными устройствами, а также подача газа в камеру. Для создания стабильных температурных условий камера высокого давления размещена в термостатирующем блоке (рис. 1). Давление в камере регулируется подачей газа из газовых баллонов через соответствующие приборы.

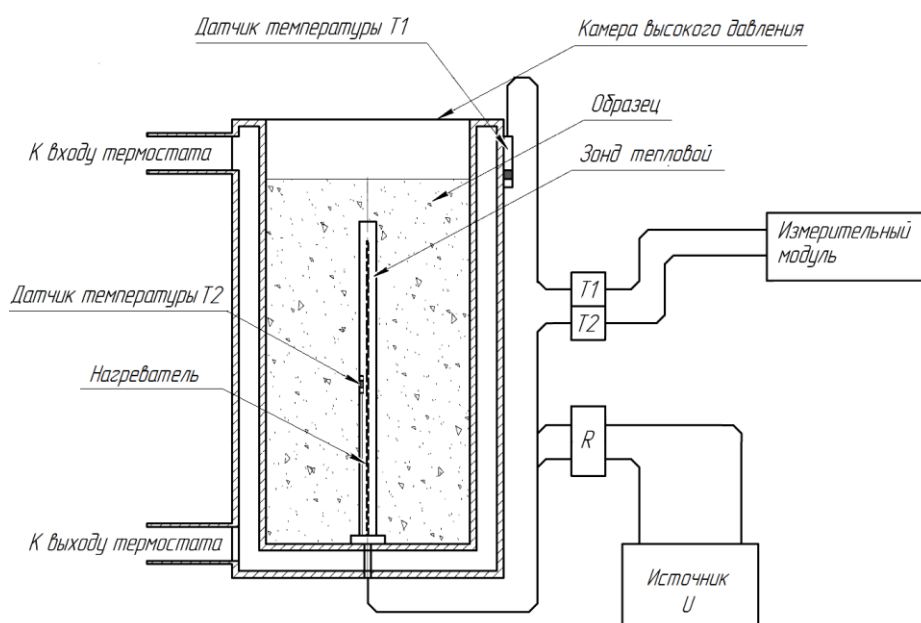


Рис. 1. Схема эксперимента по измерению тепловых свойств методом игольчатого зонда. R – сопротивление нагревателя (манганиновой проволоки). U – напряжение подаваемое на нагреватель.

Моделирование гидратсодержащих образцов осуществлялось по следующей методике: камеру высокого давления заполняется смесью минеральной составляющей (кварцевый песок) с ледовым порошком, равномерно распределенным в смеси, затем камера герметизируется обтюраторами и заполняется газом под давлением; для увеличения скорости наработки гидрата, посредством изменения температуры вода (ледовый порошок) в смеси несколько раз подвергается фазовому

переходу. Данная методика позволяет получать образцы с равномерно распределенным в поровом пространстве газовым гидратом и контролировать гидратонасыщенность.

Измерения теплофизических и электрических гидратсодержащего образца, смоделированного в камерах высокого давления, проводились с помощью теплового и электрического зондов.

**ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ.** Эксперимент по измерению тепловых свойств методом игольчатого зонда состоит в следующем. В образец (среду) помещается тепловой зонд, длинная тонкая стальная цилиндрическая трубка, внутри которой по всей ее длине размещен нагреватель (манганиновая проволока), посередине расположен температурный датчик (термистор), а свободное пространство заполнено эпоксидной смолой (рис. 1). На нагреватель подается напряжение, и одновременно с частотой 33 Гц производится запись изменения температуры зонда со временем (термограмма). Термограмму, полученную при постоянной мощности нагревателя, можно описать как на больших, так и на малых временах (начало прогрева образца зондом) [Waite et al., 2007]. Это позволяет определить не только теплопроводность образца, но также и температуропроводность.

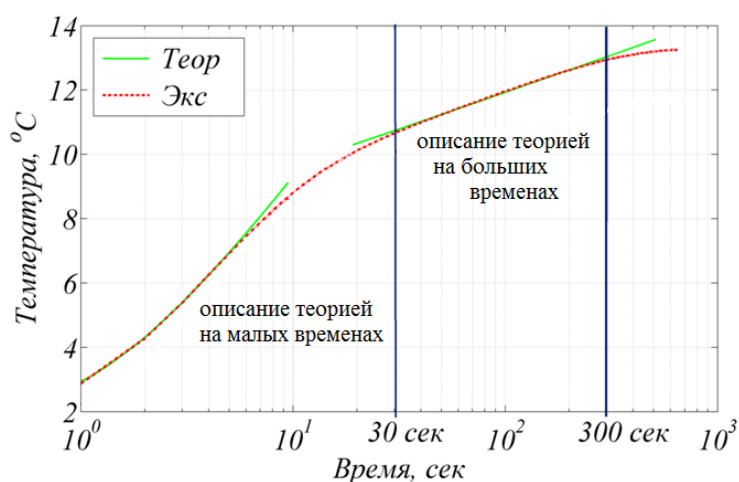


Рис. 2. Термограмма (пунктир), полученная при нагревании (постоянная мощность нагревателя  $Q=6.74$  Вт/м) образца содержащего гидрат метана и теоретические кривые (сплошные) описывающие поведение термограммы на малых и больших временах.

На рис. 2 представлена такого рода термограмма для образца с метангидратом в порох. Результаты расчетов теплофизических свойств: теплопроводность  $\lambda = 0.52 \pm 0.02$  Вт/м/К, температуропроводность  $a = (2.5 \pm 0.5) \cdot 10^{-7}$  м<sup>2</sup>/с. Образец находился при  $P=12$  МПа,  $T=2.2$  °С; состав образца (масс. %): песок – 96.9, вода – 0.1, метан гидрат – 3.0.

На данный момент разрабатывается новая методика, увеличивающая чувствительность теплового зонда к искомому коэффициенту температуропроводности (это может повысить точность его определения). Для этого на нагреватель зонда подаются различного рода тепловые сигналы. Термограммы таких сигналов описываются теорией, полученной при решении с помощью преобразования Лапласа радиального уравнения теплопроводности для безграничной среды, в которую помещен тонкий цилиндрический источник (зонд конечного радиуса) [Blackwell, 1954].

**ИЗМЕРЕНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ.** Эксперимент по измерению УЭС методом сопротивлений состоит в том, что в образец (среду) помещается четырехэлектродный электрический зонд (рис. 3). На электроды А и В подается синусоидальное переменное напряжение с частотой 600Гц. Величина тока, протекающего через образец, регистрируется по падению напряжения на эталонном сопротивлении R. Зная разность потенциалов на измерительных электродах MN и руководствуясь законом Ома, можно получить УЭС образца. Подробно метод сопротивлений рассматривается в [Итенберг С.С., 1972]. Перед измерениями проводилась калибровка зонда, определение поправочного коэффициента P, который учитывает конечный диаметр зонда. Для этого на установке при атмосферном давлении и комнатной температуре проводились измерения УЭС растворов дистиллированной воды с разной концентрацией NaCl. Концентрация NaCl изменялась от 0.1 до 1 г/л. Полученные значения сравнивались с табличными данными [Итенберг С.С., 1972], при этом поправочный коэффициент составил  $P=1.40 \pm 0.04$ .

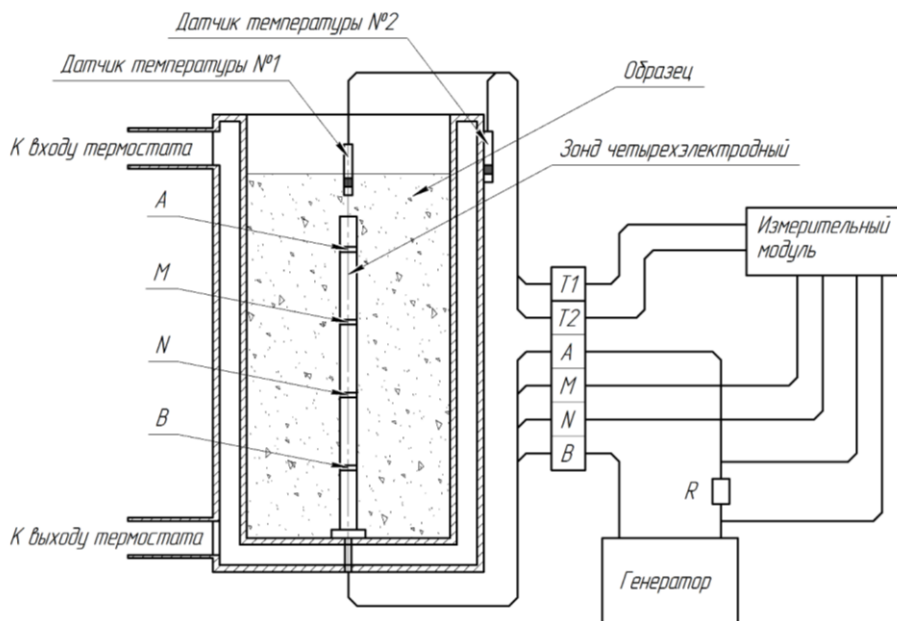


Рис. 3.  
Схема эксперимента по измерению УЭС методом сопротивлений.

Полученная система была протестирована на образце, изготовленном из кварцевого песка при полном насыщении порового пространства раствором NaCl в дистиллированной воде ( $C=0.3$  г/л). С помощью термостата банка охлаждалась от комнатной температуры до полного заморозания образца.

На рис. 4 показан пример такого графика; показана зависимость расчетного значения УЭС и температуры внутри T1 и снаружи T2 камеры в зависимости от времени.

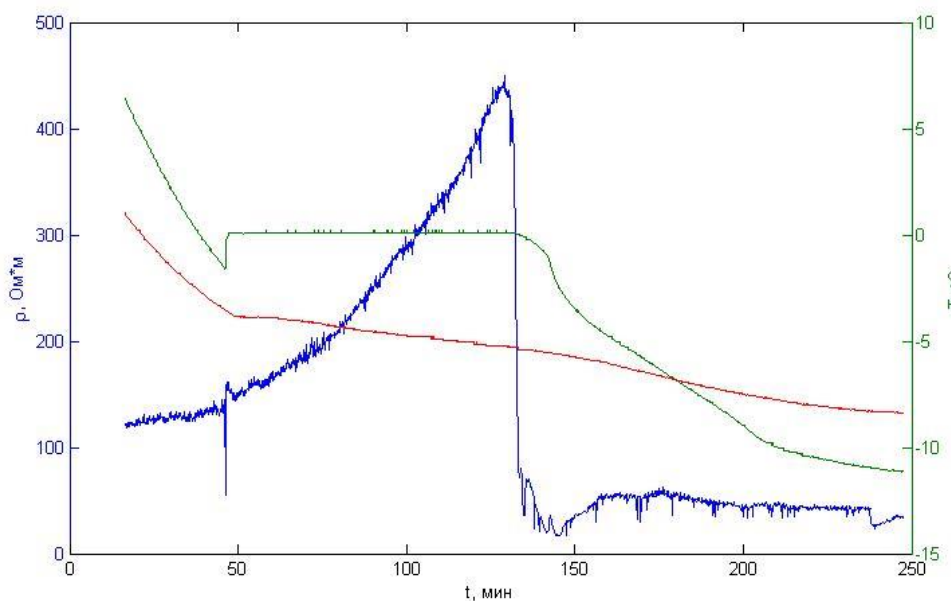


Рис. 4.  
Синяя кривая – зависимость УЭС от времени.  
Красная кривая – датчик температуры №2 (снаружи камеры).  
Зеленая кривая – датчик температуры №1 (в центре камеры).

Из графика видно, что до момента полного оледенения воды в образце наблюдается повышение УЭС. По окончании оледенения УЭС резко падает и принимает значение близкое нулю. Это может быть объяснено тем, что на электродах произошло намерзание ледяной корки, и ток перестал течь через образец.

**ИЗМЕРЕНИЕ УПРУГИХ СВОЙСТВ.** В 2014 г. при поддержке гранта РФФИ изготавливается установка для изучения акустических свойств мерзлых и гидратсодержащих образцов. Уже создан и испытан акустический зонд (рис. 5). Зонд состоит из пьезокерамического излучателя и приемника, расположенных друг напротив друга и удерживаемыми стержнями. Между излучателем и приемником находится исследуемый образец. Излучатель и приемник схожи по конструкции (рис. 6). В латунный корпус укладывается подложка из текстолита, в которую вклеиваются 2 пьезокерамические шайбы. Одна шайба служит для возбуждения продольных волн, а другая - поперечных. Для возбуждения волн на контакты  $U_p$  и  $U_s$  подается дельта импульс относительно потенциала земли. По времени задержки прихода импульса на приемник можно судить о скорости распространения волны. Сверху подложка задавливается свинцом, так что один контакт соединяется с корпусом и тем самым

заземляется. Все стыки проливаются эпоксидной смолой для обеспечения герметичности. На пьезокерамику подаются импульсы с импульсного высоковольтного генератора длительностью порядка 1 мкс и амплитудой 60В. Предполагаемые частоты возбуждаемых волн 500-700 кГц. Для данных измерений планируется использовать цифровой осциллограф с возможностью управления с ПК.

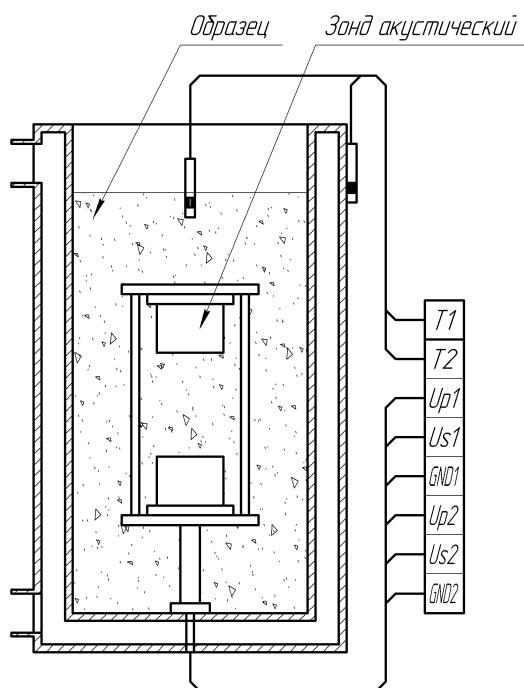


Рис. 5. Камера с акустическим зондом.

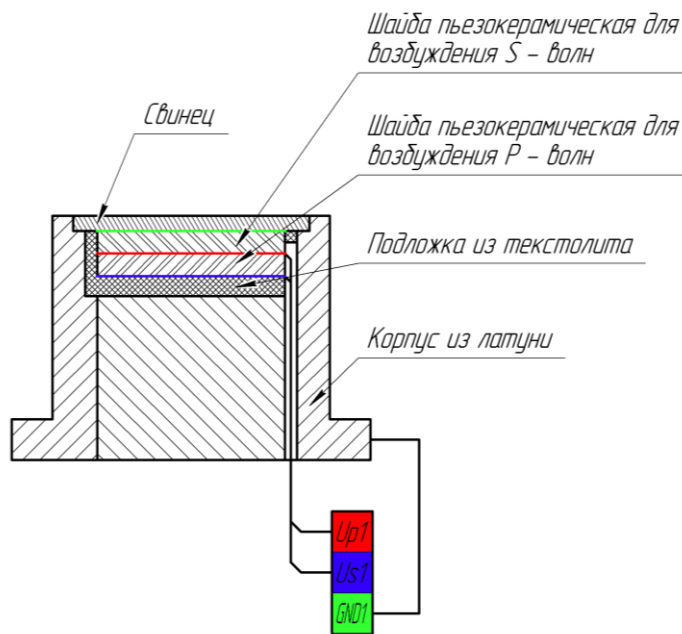


Рис. 6. Пьезокерамический излучатель.

Авторы полагают, что в перспективе, разработанные устройства позволят измерять физические свойства мерзлых и гидратсодержащих осадков и грунтов на разных стадиях заморзания/оттаивания, а также в процессе формирования/разложения газогидратов в образцах.

Исследования тепловых и электрических свойств гидратсодержащих осадков проводились при поддержке 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 РНФ № 14-17-00511.

#### Литература

Blackwell J.H. A transient-flow method for determination of thermal constants of insulating materials in bulk // Journal of applied physics. February, 1954. Vol. 25 (4), pp. 137-144.

Waite W. F., Stern L. A., Kirby S. H., Winters W. J., Mason D. H. Simultaneous determination of thermal conductivity, thermal diffusivity and specific heat in methane hydrate // Geophys. J. Int., 2007. Vol. 169 (2), pp. 767-774.

Дучков А. Д., Манаков А. Ю., Казанцев С. А., Пермьяков М. Е., Огиенко А. Г. Измерение теплопроводности синтетических образцов донных осадков, содержащих гидраты метана // Физика Земли, 2009. – № 8. – С. 42-50.

Итенберг С.С. Интерпретация результатов геофизических исследований разрезов скважин. // Недра, 1972, с. 41