

АВТОМАТИЗАЦИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ АКУСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОБРАЗЦОВ, СОДЕРЖАЩИХ ГАЗОГИДРАТЫ МЕТАНА

А.Н. Дробчик (ИНГГ СО РАН)

Рассматривается задача автоматизации длительных лабораторных экспериментов по петрофизическому изучению горных пород, содержащих газы гидраты метана. Кратко описан подход к проведению эксперимента по формированию гидратообразующих образцов, изучению их акустических свойств, описана система сбора данных. Приведена структура программы, которая обеспечивает автоматизацию длительных экспериментов с примером двухнедельного эксперимента по формированию гидрата в угольном образце.

Ключевые слова: газы гидраты, лабораторные эксперименты, LabView, организация системы научных исследований.

Введение

Существующий в последние десятилетия интерес к природным и техногенным газогидратам связан с их энергетическим потенциалом, возможным влиянием на климат из-за эмиссии парниковых газов при их разложении, а также с опасностью техногенных катастроф, связанных с образованием пробок в трубопроводах [1]. Газогидраты — льдоподобные кристаллы, которые формируются из воды и газа (метана). Они распространены в донных осадках глубоких водоемов и в мерзлых породах криолитозоны. Наличие газогидратов может значительно менять физические свойства пород, включая акустические [2]. Это дает потенциальную возможность для разработки методов сейсмической разведки с целью поиска, разведки и мониторинга газогидратных залежей.

На характер изменений акустических свойств (скоростей Р- и S-волн) влияет большое число факторов, при чем это не только исходные компоненты образующего гидрата (матрица, химический состава флюида и гидратообразователя), но и сам процесс формирования. Так требуется большой массив лабораторных исследований по изучению физических свойств гидратосодержащих пород. Их удобно проводить с помощью специализированных установок [2, 3, 4], позволяющих синтезировать искусственные газогидраты в образцах (обеспечивая высокое давление, низкую температуру, наличие воды и гидратообразователя) и проводить их комплексные исследования.

В 2014 г. с участием автора была создана первая в России установка по формированию гидратосодержащих образцов и изучению их акустических свойств (скоростей продольных и поперечных волн) [6]. Проведение экспериментов на этой установке осложняется тем, что формирование гидрата занимает длительное время, во время которого необходимо поддерживать необходимые термобарические условия в камере с образцом и регулярно проводить акустические измерения на образце. Так для песчаного образца формирование газогидрата может занимать до нескольких дней; для угольной матрицы время эксперимента увеличивается до 2 недель [7]. Поэтому актуальной является задача автоматизации измерений на лабораторной установке изучения акустических свойств гидратосодержащих образцов.

Методика проведения эксперимента

Полная методика подготовки образцов и проведения экспериментов рассматривается в [6]. В данном разделе приведено лишь ее краткое описание. После загрузки ячейки с приготовленным образцом, содержащим воду, в камеру высокого давления установки вводится гидратообразующий газ (метан) и температура понижается для создания условий формирования гидрата. Также в пределах области стабильности

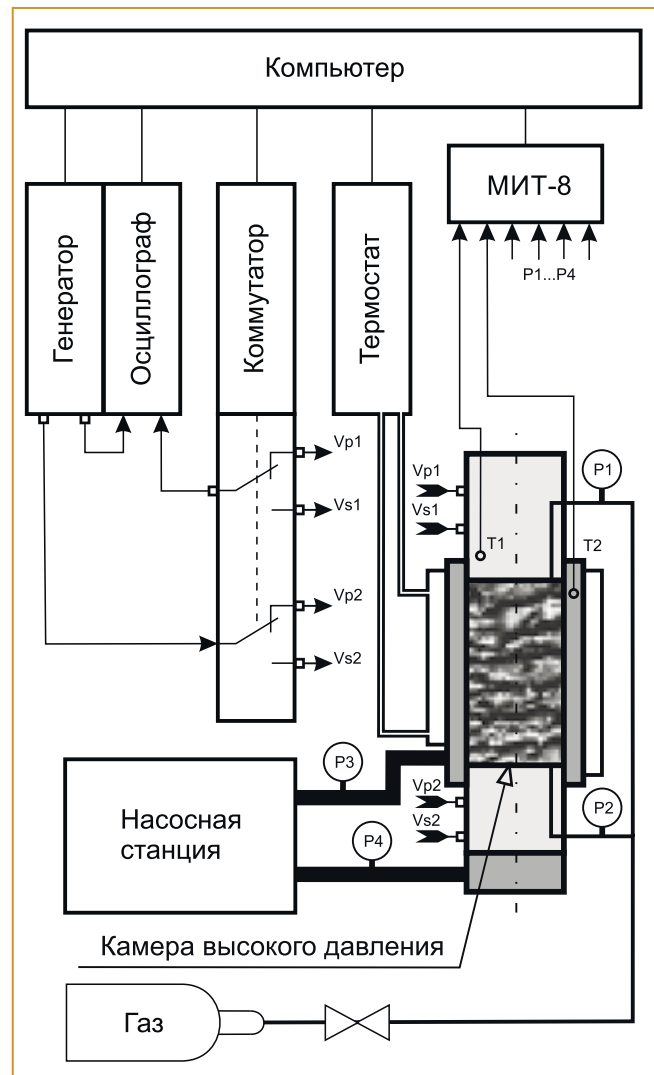


Рис. 1. Структурная схема установки

гидрата запускаются температурные циклы для ускорения процесса гидратообразования [8, 9].

Перед загрузкой образца проводится проверка измерительной системы путем измерения скоростей эталонов из алюминия разной длины и сравнение полученных значений с табличными. В ходе эксперимента в автоматическом режиме проводятся повторные акустические измерения, а также собираются данные о состоянии системы (значения температуры, давления). В конце эксперимента производится процедура по разложению гидрата и измерение объема выделившегося при этом газа. Это позволяет оценить объем наработанного в ходе эксперимента гидрата.

Структурная схема установки состоит из двух основных компонентов (рис. 1):

- камеры высокого давления для формирования и изучения гидратосодержащего образца;
- система измерения и сбора данных.

Камера высокого давления

Камера высокого давления позволяет (рис. 1): разместить образец цилиндрического типа (диаметр — 30 мм, длина — 30...60 мм); произвести аксиальное и радиальное сжатие (от 5 до 30 МПа) посредством гидроцилиндра и манжеты подключенной к насосной станции; а также создать поровое давление до 15 МПа с помощью газовых каналов, подключенных к баллону с газом гидратообразователем. Изменение температуры в диапазоне $-15...50$ °С в камере осуществляется специальной рубашкой, подключенной к термостату.

Для изучения зависимостей акустических свойств образцов от различных параметров требуется обеспечить стабильность поддержания необходимых условий. Для этого было необходимо обеспечить оптимальность работы каждой из подсистем, имеющих свои особенности.

Регулировка температуры (даже процесс охлаждения) является более простым процессом с точки зрения контроля. При этом она больше подвержена влиянию температуры окружающей среды. Для облегчения работы термостата в помещении был организован отвод теплого воздуха от охладителя термостата и обеспечена минимальная комнатная температура (нанесение на окна светоотражающей пленки позволило на 7 °С снизить температуру в комнате в летнее время).

Управление термостатом (HUBER CC-415) в нашем случае производится по виртуальному порту RS-232. При этом в качестве датчика использованы хромель-алюмелевые термопары (ТХА), подключенные к прецизионному измерителю температуры и давлений МИТ-8. Управление измерителем также производилось по порту RS-232. Подстройка температуры может осуществляться внутренними процедурами термостата при их наличии (как в нашем случае), либо возможно создание ПИД-регулятора средствами ПК для регулировки мощности охлаждения, скорости потока хладогента или скважности включения

термостата в зависимости от функциональности используемого термостата.

Гидравлическая система подвержена внешнему воздействию косвенно. Она связана с температурой образца из-за теплового расширения гидроносителя вблизи камеры высокого давления, окруженной рубашкой охлаждения. Это приводит к тому, что изменение температуры на 15 °С в ходе одного цикла могло привести к изменению давления обжатия на 6 МПа.

Для стабилизации давления возможны два варианта: установка гидравлической системы с возможностью подстройки давления или снижение гидравлической жесткости системы за счет установки пневмоаккумуляторов. Так как в нашем случае требовалось исключить влияние изменения давления без необходимости его подстройки, был выбран второй подход. В результате установки двух пневмоаккумуляторов скачки давления снизились с диапазона 24...30 МПа до 29,4...30 МПа при изменении температуры в диапазоне $-10...5$ °С.

Система сбора данных

Система сбора данных обеспечивает проведение необходимых измерений (рис. 1).

Генератор импульсов используется для формирования импульсных сигналов на пьезокерамических датчиках P/S волн Vp1, Vs1 для просвечивания образца в камере высокого давления.

Регистрация включает запись данных со следующих датчиков:

- три канала температуры: T0 (температура холодных концов термопары), T1, T2;
- четыре канала давлений: P1, P2 — давление скелета; P3, P4 — поровое давление;
- длина образца L — 30...60 мм;
- осциллограммы сигналов от пьезокерамических датчиков P/S волн Vp2, Vs2.

В качестве регистратора давлений и температуры используется прецизионный измеритель МИТ-8. Данный прибор приводит измерение 1 раз в секунду с каждого из семи задействованных в системе каналов. Три канала задействованы под температуру: T0 — температура холодных концов термопары, T1 — температура вблизи образца, T2 — температура охлаждающей рубашки. Четыре канала измеряют давления: P1, P2 — поровое давление (верхний/нижний подводящий каналы), P3, P4 — давление скелета (аксиальное/осевое). Особенностью данного прибора является невозможность запросить информацию о температуре с определенного канала. Данный прибор последовательно отправляет данные по RS-232 в заданном формате. Данная особенность приводит к необходимости распараллеливания программы работы с приборами, так как частота опроса МИТ-8 отличается от частоты опроса остальных приборов. Система акустического просвечивания собрана на базе генератора импульсов АК ИП-3305, осциллографа АК ИП 72208А и коммутатора (для переключения просвечивания продольными и поперечными волнами). Для определения

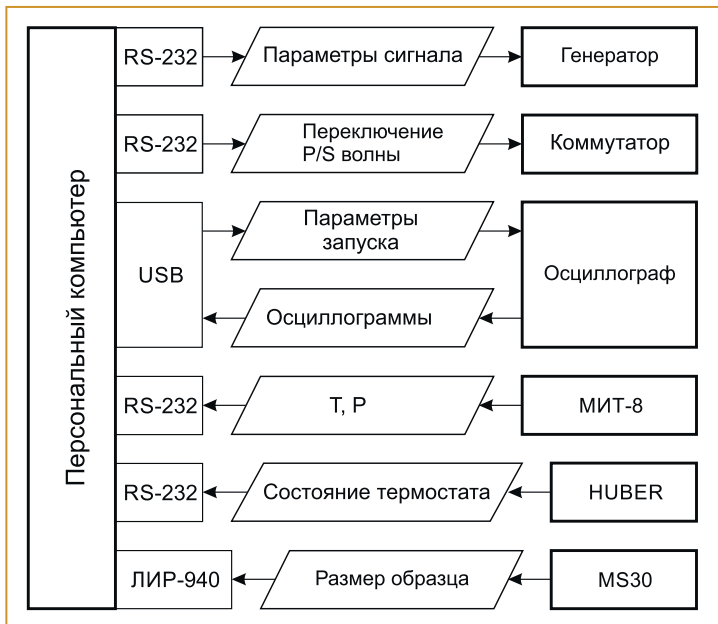


Рис. 2. Блок-схема программы управления установкой

акустических свойств образцов использовался стандартный метод измерения Р- и S-волн в импульсном режиме (ГОСТ 21153.7-75). Источник ультразвуковых волн генерирует прямоугольный импульс длительностью 1 мкс и амплитудой 150 В. Одновременно синхроимпульс с генератора подается на канал А цифрового осциллографа и служит точкой отсчета при измерениях времени прихода волны. Аппаратурная задержка измеряется каждый раз перед загрузкой образца в камеру путем измерения сигнала от датчик к датчику без образца. Также эти осциллограммы используются для проверки работоспособности пьезодисков путем сравнения с записями с предыдущих экспериментов. Данная операция является обяза-

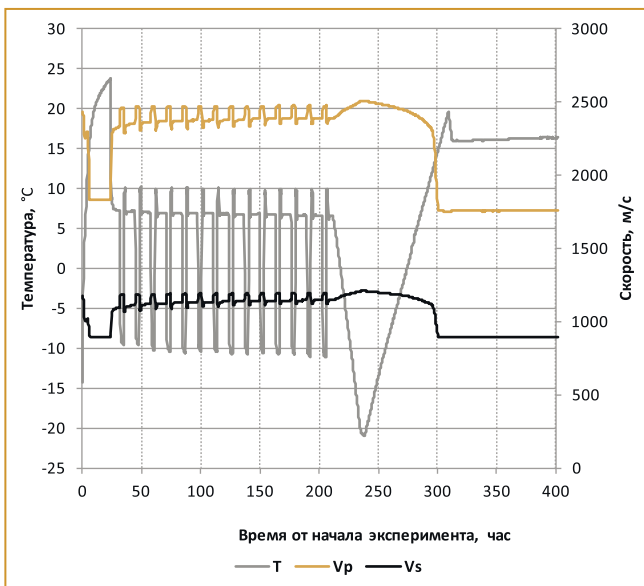


Рис. 3. Зависимость продольных и поперечных скоростей от температуры в ходе эксперимента по формированию гидрата метана в угольном образце

тельной, так как в случае поломки пьезодиска мощность и АЧХ генерируемого сигнала меняется, что позволяет диагностировать состояние пьезодатчиков. Для неконсолидированных образцов свойственна высокая степень затухания акустических волн, при этом амплитуда регистрируемого сигнала может снижаться до уровня шумов регистрирующей аппаратуры. Так как время акустического просвечивания много меньше времени изменения состояния системы, то можно принять процесс квазистационарным и применить суммирование (накопление) сигналов с последующим усреднением для улучшения отношения сигнал/помеха.

Для определения скоростей продольных и поперечных волн в образце, кроме значений времени прихода волн необходимо знать его линейный размер. Он измеряется по ходу штока линейным датчиком абсолютных перемещений MS30 подключенным через плату ЛИР-940 (точность определения положения — 1 мкм, ход штока 30 мм).

Программная часть

Система управления реализована на LabView с использованием библиотеки PicoSDK 10.6.10 для работы с осциллографом и библиотеки NI VISA для связи с остальным оборудованием. Система управления состоит из подпрограмм проведения акустических измерений и сбора данных о системе (рис. 2).

Выполнение программы делится на три этапа:

- инициализация и задание параметров эксперимента;
- проведение циклических измерений, выполнение эксперимента по заданной термобарической зависимости, оповещение в случае возникновения сбоя;
- финальный этап — формирование отчета.

В ходе процедуры инициализации настраиваются все участвующие приборы по соответствующим интерфейсам, также проводится проверка их корректной инициализации при наличии данной функции у устройства. После этого задаются параметры эксперимента, интервалы опроса, число накоплений, температурная зависимость, параметры автодетекции и др.

Процедура циклического измерения заключается в последовательном сборе информации о ходе эксперимента, которая в реальном времени отображается на главной панели. Графический интерфейс программы включает графики значений температуры и давления в ходе эксперимента, графики Р/S-волн, графики скоростей в ходе эксперимента, блок настройки системы акустических измерений (параметры осциллографа, число накоплений и параметры автопикировщика).

Программа имеет архитектуру, построенную на параллельных циклах, по причине различной частоты обращения к приборам. Отдельный цикл выделен на отрисовку данных и ручное изменение па-

раметров непосредственно в ходе эксперимента. Все входные параметры эксперимента, кроме информации о подключенных портах, могут меняться в процессе измерений.

Запись данных на диск производится после каждого измерения, это исключает возможность утери данных при сбое. Данные с МИТ-8 (температура и давление), а также автоматически определенные скорости каждый раз дозаписываются в один файл в течение всего эксперимента. Объем данных не очень большой, что позволяет быстро отрисовать ход эксперимента при необходимости. Осциллограммы P/S-волн пишутся каждый раз в новый файл с именем, в котором присутствует время и идентификатор образца, при этом в заголовке файла дублируется информация о состоянии системы (это упрощает сопоставление волновых форм времени и состоянию эксперимента при постобработке). Работа с отдельными файлами в данном случае удобна, так как упрощает процедуру загрузки данных при постобработке.

В качестве примера работы системы рассмотрим эксперимент по формированию гидрата метана в угольном образце (рис. 3). В качестве матрицы использовался коксующийся уголь марки К2 Первомайской скважины Кузнецкого угольного бассейна. В образце в ходе эксперимента был наработан гидрат метана, занимающий 59% объема порового пространства. Эксперимент длился > 400 ч и состоял из нескольких фаз: насыщение образца метаном, температурные циклы наработки гидрата, и разложение гидрата.

Результаты и выводы

Автоматизация установки позволила произвести >300 экспериментов суммарной длительностью > 5000 ч за последние 2 года. В ходе проведения экспериментов были обнаружены такие эффекты, как падение скоростей продольных и поперечных волн при длительной выдержке образцов при постоянных термобарических условиях, а также их температурная зависимость [10].

Дальнейшие исследования газовых гидратов, влияние различных факторов на их образование требует наращивания производительности и привлечение новых методов анализа. На данный момент разработана более компактная камера, позволяющая проводить несколько экспериментов параллельно (исследование группы образцов с различными характеристиками, например, с различной соленостью). Уменьшение размера совместно с переходом к рентгенопрозрачным материалам позволит проводить акустические измерения совместно с методом неразрушающего контроля внутренней микроструктуры образцов — компьютерной томографии посредством

рентгеновского синхротронного излучения. Разработанная программа позволит автоматизировать работу со всеми новыми модификациями камер по формированию гидратосодержащих образцов.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-32-00647.

Список литературы

1. Makogon Y.F., Holditch S.A., Makogon T.Y. Natural gas-hydrates — A potential energy source for the 21st Century // Journal of petroleum science and engineering. 2007. V. 56. № 1. P. 14-31.
2. Geser A. Dugarov, Anton A. Duchkova, Albert D. Duchkova, Arkadii N. Drobchik 2019 Laboratory validation of effective acoustic velocity models for samples bearing hydrates of different type.
3. Winters, W.J., Dillon, W.P., Pecher, I.A., Mason, D.H., 2000. GHASTLI — determining physical properties of sediment containing natural and laboratory-formed gas hydrate (Chapter 24). In: Max, M.D. (Ed.), Natural Gas Hydrate in Oceanic and Permafrost Environments. Springer, pp. 311-322.
4. Kulenkampff, J., Spangenberg, E., 2005. Physical properties of cores from the Mallik 5L38 gas hydrate production research well under simulated in situ conditions using the Field Laboratory Experimental Core Analysis System (FLECAS). In: Dallimore, S.R., Collett, T.S. (Eds.), Scientific Results from the Mallik 2002 Gas Hydrate Production Research Well Program, Mackenzie Delta, Northwest Territories, Canada, GSC Bulletin 585. Geological Survey of Canada.
5. Priegnitz, M., Thaler, J., Spangenberg, E., Rücker, C., Schicks, J.M., 2013. A cylindrical electrical resistivity tomography array for three dimensional monitoring of hydrate formation and dissociation. Rev. Sci. Instrum. 84 (10), 104502. <https://doi.org/10.1063/1.4825372>.
6. Дучков А.Д., Дучков А.А., Манаков А.Ю. и др. Лабораторное моделирование и измерение акустических свойств образцов пород, содержащих гидраты метана. // Доклады Академии Наук. 2017. Т. 472. № 1. С. 80-84.
7. Дугаров Г.А., Дробчик А.Н. Особенности формирования неконсолидированных угольных образцов, содержащих гидрат метана, для изучения их акустических свойств // Трофимукские чтения - 2017: Тр. Всероссийской молодежной научной конф. с участием иностранных ученых. 2017. С. 233-236.
8. Чувилин Е.М., Гурьева О.М. Экспериментальное изучение образования гидратов CO₂ в поровом пространстве промерзающих и мерзлых пород // Криосфера Земли, 2009, т. XIII, № 3, с. 70-79.
9. Li, D., Wang, D., and Liang, D. (2011). P-wave of hydrate-bearing sand under temperature cycling. Geophysics, 76(1), E1-E7. <https://doi.org/10.1190/1.3515263>.
10. Дробчик А.Н., Дугаров Г.А., Дучков А.А. Температурная зависимость скоростей продольных и поперечных волн в неконсолидированном угольном образце, содержащем гидрат метана // Новые направления нефтегазовой геологии и геохимии. Развитие геологоразведочных работ: Сб. научных статей. — 2017. С. 109-116.

*Дробчик Аркадий Николаевич — научный сотрудник лаборатории динамических проблем сейсмоки, Института нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А.Трофимука Сибирского отделения РАН (ИНГГ СО РАН)
E-mail: A.n.drobchik@gmail.com*