

УДК 550.832

Н. Г. Козыряцкий
ООО «Нефтегазгеофизика»

МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ОТКРЫТОЙ ПОРИСТОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ ГИДРОСТАТИЧЕСКОГО ВЗВЕШИВАНИЯ

Проведен анализ и выполнена количественная оценка методических погрешностей лабораторных определений коэффициента открытой пористости образцов горных пород (керна, шлама) методом гидростатического взвешивания (методом жидкостенасыщения), даны рекомендации по уменьшению погрешностей.

Ключевые слова: горные породы, образцы, открытая пористость, гидростатическое взвешивание, методические погрешности.

При определении коэффициента открытой пористости образцов горных пород методом гидростатического взвешивания (иначе – методом жидкостенасыщения) по методу профессора Преображенского, регламентированным в [2, 5], необходимо учитывать три основных вида погрешностей:

- методические погрешности, обусловленные особенностями данного метода;
- погрешность косвенных измерений, обусловленная погрешностями прямых измерений массы сухого образца горной породы M_1 , массы насыщенного жидкостью образца M_3 и массы образца M_2 , полученной при гидростатическом взвешивании, а также функциональной связью коэффициента открытой пористости с указанными массами;
- случайные погрешности, вызываемые либо неизвестными, либо известными, но не поддающимися количественному контролю факторами; этот вид погрешностей проявляется и может быть учтен лишь при многократных измерениях.

В данной статье будет рассмотрена первая группа погрешностей, более конкретно – те из них, которые в определенной степени поддаются количественному учету.

Методика определения коэффициента открытой пористости предусматривает выполнение следующих операций (подробность перечисления операций продиктована тем обстоятельством, что

каждая из операций может быть источником своей методической погрешности):

- 1) сушка исследуемых образцов горных пород;
- 2) взвешивание высушенных образцов;
- 3) насыщение сухих образцов жидкостью, в свою очередь предусматривающее выполнение следующих процедур:
 - а) раздельное вакуумирование исследуемых образцов и насыщающей жидкости;
 - б) насыщение вакуумированных образцов вакуумированной жидкостью;
 - в) выдержка под вакуумом образцов, погруженных в жидкость;
 - г) выдержка погруженных в жидкость образцов при атмосферном давлении;
- 4) взвешивание насыщенных образцов в воздухе, включающее в себя следующие процедуры:
 - а) удаление влаги с поверхности насыщенного жидкостью образца;
 - б) взвешивание насыщенного образца;
- 5) гидростатическое взвешивание образца, погруженного в жидкость.

Рассмотрим последовательно каждую из перечисленных операций с целью выявления источников погрешностей и возможного их практического учета.

Вначале – общие соображения относительно допустимых погрешностей измерения открытой пористости. Из самой физической сущности коэффициента открытой пористости вытекает необходимость довольно высокой точности собственно измерительных операций по определению масс M_1 , M_2 , M_3 . Фактически точность определения пористости полностью зависит от точности взвешивания массы жидкости, заполняющей объем пустот в исследуемом образце, то есть значения

$$M_3 - M_1 = k_{\text{оп}} \rho_{\text{ж}} V_0, \quad (1)$$

где M_1 – масса сухого образца горной породы; M_3 – масса насыщенного жидкостью образца горной породы; $k_{\text{оп}}$ – коэффициент открытой пористости образца; $\rho_{\text{ж}}$ – плотность насыщающей жидкости; V_0 – объем образца.

При $k_{\text{оп}} \cong 3\%$ и стандартном размере исследуемого образца цилиндрической формы $30 \times 30 \text{ мм}$ масса $M_3 - M_1 \cong 600 \text{ мг}$. Очевидно, что для измерения такой массы с итоговой относительной погрешностью, например меньшей $\pm 1\%$, итоговая абсолютная погрешность с учетом всех источников не должна превышать $\pm 6 \text{ мг}$.

Погрешности, возникающие при сушке образцов

При нормальной температуре часть пустот образца из пористого материала всегда содержит влагу. Поэтому масса сухого (ненасыщенного жидкостью) образца должна определяться после его предварительной сушки. При этом вопрос о температуре сушки достаточно важен. К сожалению, значение температуры сушки, равное $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, рекомендуемое в [3, 6], не всегда обеспечивает требуемое удаление влаги из образца. Это особенно заметно при метрологической аттестации стандартных образцов (СО) открытой пористости (ОП), изготовленных из корунда и описанных в [4], которые используются для контроля качества исследований во многих петрофизических лабораториях. Метрологическая аттестация СО-ОП также осуществляется методом гидростатического взвешивания. В корундовых образцах с малой пористостью ($k_{\text{оп}} < 5\%$) при низкой температуре сушки сохраняются монослои воды, которые адсорбируются на поверхности канальных и тупиковых мельчайших пор. При исследовании образов путем дифференциально-термогравиметрического анализа установлено, что удаление адсорбированной влаги происходит наиболее активно при температурах $330\text{--}370^\circ\text{C}$ и завершается только при температурах $500\text{--}550^\circ\text{C}$. Имеются также сведения [1], что для некоторых материалов при последующем после сушки прокаливании при температуре 800°C дополнительные потери веса вследствие удаления воды достигают $1,2\%$.

Таким образом, качество сушки образца (количество оставшейся в порах воды) контролируется не прямо, а лишь косвенно – путем поддержания установленной температуры в течение заданного времени и измерением массы образца в процессе сушки. Масса остающейся в порах жидкости увеличивает массу сухого образца (уменьшает коэффициент пористости) и является абсолютной систематической погрешностью, оценить количественно которую практически невозможно.

На практике для снижения этой погрешности поступают следующим образом. Проводят серию измерений массы сухого образца M_1 , каждый раз осуществляя сушку образца при постоянной температуре в течение определенного времени с последующим охлаждением в эксикаторе до нормальной температуры. Операция заканчивается, когда разница между последним и предшествующим измерениями не превышает заданного значения. В [3, 6] это значение принято равным 0,01 г для образцов массой свыше 20 г. Взвешивание образца в эксикаторе производится только после его охлаждения до нормальной температуры для улучшения воспроизводимости результатов измерений.

Погрешности, возникающие при насыщении сухих образцов

Целью насыщения исследуемого образца является заполнение его пустот жидкостью. Эффективность этой операции количественно можно характеризовать размером незаполненного жидкостью объема пустотного пространства. Здесь мы также встречаемся с невозможностью количественной оценки этого параметра и, следовательно, его прямого контроля. Имеется лишь возможность сохранения некоторой стабильности данной погрешности поддержанием определенного режима, то есть временем вакуумирования, уровнем вакуума, временем выдержки при атмосферном давлении погруженных в насыщающую жидкость образцов.

Погрешности взвешивания насыщенного образца

Операция взвешивания насыщенного образца – одна из главных операций, ограничивающих точность метода. Основным источником погрешности в этой операции является условность границы раздела между образцом и окружающим его пространством. Эта условность определяется наличием шероховатости поверхности образца, менисков жидкости в порах, выходящих на поверхность образца, и особенно необходимостью удаления жидкости с поверхности образца перед взвешиванием. Все перечисленные факторы случайны и контролю не поддаются.

Существует еще один фактор, влияющий на точность определения массы насыщенного жидкостью образца горной породы M_3 – это испарение жидкости с поверхности образца во время взвешивания.

Но он может быть компенсирован использованием специального герметичного сосуда (бюксы), куда помещается взвешиваемый образец. В этом случае

$$M_3 = M_{\Sigma} - M_6, \quad (2)$$

где M_{Σ} – суммарная масса бюксы и насыщенного образца; M_6 – масса бюксы.

Возможен и другой способ исключения влияния этого фактора. Он состоит в экспериментальном определении закономерности испарения, описываемой зависимостью

$$M_3 = f(t, T), \quad (3)$$

где t – время, через которое производится взвешивание; T – температура окружающего воздуха.

Значение M_3 при $t = 0$ (экстраполяция зависимости (3) при $T = \text{const}$ на $t = 0$) и будет истинным значением определяемой массы M_3 .

Погрешности гидростатического взвешивания

Процесс гидростатического взвешивания заключается в измерении массы насыщенного жидкостью образца, помещенного в насыщающую жидкость. Это делается с помощью специальной подвески (стальной или капроновой нити). Наличие подвески вносит методическую погрешность в определение M_3 и M_2 , которая может быть учтена следующим образом. Без учета подвески гидростатический вес насыщенного жидкостью образца $P_{\text{го}}$ равен

$$P_{\text{го}} = P_o - P_{oA}, \quad (4)$$

где P_o – вес насыщенного жидкостью образца; P_{oA} – архимедова сила, действующая на насыщенный жидкостью образец.

После деления обеих частей равенства (4) на g (ускорение свободного падения) получим выражение

$$M_2 = M_3 \rho_{\text{ж}} V_o. \quad (5)$$

С учетом подвески гидростатический вес насыщенного жидкостью образца $P_{\text{го+п}}$ будет равен

$$P_{\text{го+п}} = P_{o+п} - P_{oA} - P_{пA}, \quad (6)$$

где $P_{o+п}$ – суммарный вес насыщенного жидкостью образца и подвески, равный $P_o + P_{п}$; $P_{пA}$ – архимедова сила, действующая на погруженную в жидкость часть подвески.

Таким образом, масса образца при гидростатическом взвешивании с учетом массы подвески M_{o+n} будет определяться выражением

$$M_{o+n} = M_3 + M_n - \rho_{ж}(V_o + V_{пж}), \quad (7)$$

где M_n – масса подвески; $V_{пж}$ – объем части подвески, погруженной в жидкость.

С учетом вышеизложенного абсолютная погрешность (ΔM_2) определения массы образца при гидростатическом взвешивании без учета массы подвески определится выражением

$$\Delta M_2 = M_n - \rho_{ж} V_{пж}. \quad (8)$$

Объем части подвески, погруженной в жидкость ($V_{пж}$), легко определяется по диаметру нити подвески и длине подвески L , погруженной в жидкость:

$$L = 4D_o + h + h_m, \quad (9)$$

где D_o – диаметр образца (в выражении (9) предполагается, что диаметр и высота образца равны); h – высота уровня жидкости над образцом; h_m – высота мениска жидкости у подвески.

В выражении (9) не учитывается незначительная масса подвески, приходящаяся на узелок над образцом.

Смачиваемость подвески приводит к образованию мениска жидкости у подвески за счет поверхностного натяжения и, как следствие, к повышению уровня жидкости, создавая эффект увеличения глубины погружения подвески.

Оценку высоты подъема жидкости за счет поверхностного натяжения можно осуществить исходя из равенства энергии поверхностного натяжения, расходуемой на подъем определенной массы жидкости на некоторую высоту, и потенциальной энергии, запасенной этой массой жидкости. Опуская многоходовые промежуточные выкладки, отметим, что высота мениска жидкости у подвески с учетом физических свойств используемых насыщающих жидкостей находится в диапазоне (1,5–4,5) мм, что достаточно мало, чтобы существенно влиять на увеличение объема погруженной в жидкость подвески, а в конечном итоге и на определяемую пористость образца.

В табл. 1 приведены расчетные значения абсолютных погрешностей определения пористости для образца 30 × 30 мм, возникающих из-за неучета массы подвески, а в табл. 2 – эти же погрешности в относительном выражении.

Таблица 1
Абсолютные погрешности определения пористости
из-за неучета массы подвески, выраженные в процентах
пористости (все погрешности с отрицательным знаком)

Материал подвески	Длина подвески, мм						
	80	100	120	140	160	180	200
Сталь	0,024	0,029	0,035	0,041	0,047	0,053	0,059
Капрон	0,003	0,004	0,005	0,006	0,007	0,008	0,008

Таблица 2
Относительные погрешности определения пористости
из-за неучета массы подвески, проценты
(все погрешности с отрицательным знаком)

Материал подвески	Пористость образца, %	Длина подвески, мм						
		80	100	120	140	160	180	200
Сталь	2	1,18	1,46	1,76	2,05	2,35	2,64	2,95
	5	0,47	0,59	0,70	0,82	0,94	1,06	1,18
	10	0,24	0,29	0,35	0,41	0,47	0,53	0,59
	15	0,16	0,20	0,23	0,27	0,31	0,35	0,39
	20	0,12	0,15	0,18	0,20	0,24	0,26	0,30
	25	0,09	0,12	0,14	0,16	0,19	0,21	0,24
	30	0,08	0,10	0,12	0,14	0,15	0,18	0,20
Капрон	2	0,17	0,21	0,26	0,30	0,34	0,38	0,42
	5	0,07	0,08	0,10	0,12	0,14	0,15	0,17
	10	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,08
	15	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04	0,05	0,06
	20	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04
	25	0,01	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03
	30	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03

Существует еще один источник погрешностей при гидростатическом взвешивании образцов – это пузырьки воздуха, прилипающие к поверхности образца и элементам подвески. При радиусе пузырька 0,25 мм и количестве пузырьков, равном 10, которые будут иметь суммарный объем $6,5 \cdot 10^{-4} \text{ см}^3$, дополнительная погрешность гидростатического взвешивания составит 0,65 мг, что говорит о незначительности влияния этого фактора, хотя сама эта погрешность

соизмерима с погрешностью весов ВЛР-200, традиционно используемых при определении коэффициента пористости образцов размером $30 \times 30 \text{ мм}$.

По своей природе и характеру проявления описанные погрешности являются систематическими, так как их значение и знак могут быть определены заранее, хотя в самом общем виде они являются случайными с математическим ожиданием, отличным от нуля. Случайность их обуславливается изменением уровня жидкости, количества и радиуса пузырьков от опыта к опыту и другими факторами, не всегда учитываемыми при исследованиях, которые в принципе могут быть выявлены и каким-то образом учтены лишь при достаточно большом количестве экспериментов в фиксированных воспроизводимых условиях.

В основу настоящей статьи положены результаты исследований и расчетов, выполненных автором совместно с бывшими сотрудниками отдела метрологии НПЦ «Тверьгеофизика» Владимиром Самуиловичем Зубаревым и Михаилом Викторовичем Лобачевым, находящимися в настоящее время на заслуженном отдыхе. Выражаю им искреннюю благодарность за совместную работу.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бондаренко С. Л., Каплан Ф. С., Литовский Е. Я., Сабанин В. Н. Анализ погрешностей определения водопоглощения, кажущейся плотности, открытой и общей пористости методом гидростатического взвешивания. Ленинград: Всесоюзный институт оgneупоров, 1988.
2. ГОСТ 26450.1-85 Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением.
3. ГОСТ 26450.0-85 Породы горные. Общие требования к отбору и подготовке проб для определения коллекторских свойств.
4. Козыряцкий Н. Г. Стандартные образцы для метрологического обеспечения измерений открытой пористости керна // НТВ «Каротажник». Тверь: Изд. АИС. 2009. Вып. 3 (180). С. 59–66.
5. СТО ЕАГО 011.02–2015 Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости, минералогической и объемной плотности.
6. СТО ЕАГО 011.01–2015 Породы горные. Общие требования к отбору и подготовке образцов (проб) для определения петрофизических характеристик

Рецензент канд. техн. наук Т. Н. Нестерова