Povezanost morfologije pornog sustava s laboratorijskim specijalnim analizama

Bujanić, Branimir

Master's thesis / Diplomski rad

2023

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: University of Zagreb, Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering / Sveučilište u Zagrebu, Rudarsko-geološko-naftni fakultet

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:169:095114

Rights / Prava: In copyright/Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: 2024-10-08



Repository / Repozitorij:

Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering Repository, University of Zagreb





SVEUČILIŠTE U ZAGREBU RUDARSKO-GEOLOŠKO-NAFTNI FAKULTET Diplomski studij naftnog rudarstva

POVEZANOST MORFOLOGIJE PORNOG SUSTAVA S LABORATORIJSKIM SPECIJALNIM ANALIZAMA

Diplomski rad

Branimir Bujanić N382

Zagreb, 2023.

Diplomski rad

POVEZANOST MORFOLOGIJE PORNOG SUSTAVA S LABORATORIJSKIM SPECIJALNIM

ANALIZAMA

Branimir Bujanić

Rad izrađen:	Sveučilište u Zagrebu
	Rudarsko-geološko-naftni fakultet
	Zavod za naftno inženjerstvo
	Pierottijeva 6, 10 000 Zagreb

Sažetak

Kapilarni tlak je temeljni parametar u specijalnoj analizi jezgara jer daje informacije o ponašanju i raspodjeli fluida unutar ležišne stijene. U ovom radu, uspoređena su mjerenja kapilarnog tlaka provedena metodom centrifuge s krivuljama kapilarnog tlaka izračunatim pomoću analitičkih metoda CYDAR programa. Mjerenja kapilarnog tlaka u centrifugi uspoređena su s mjerenjima metodom polupropusne membrane a sve u svrhu usklađivanja i homogenizacije podataka dobivenih iz CT snimaka. CT snimke su ograničene svojom rezolucijom, a raspoloživi podaci su precizni do 1,5 mikrometara. Ustanovljeno je kako zbog prostornog rasporeda pora i grlića pora različitih veličina, distribucija veličine pora iz laboratorijskih eksperimenata nije jednaka onoj koja se dobije analizom CT snimke. Stoga se zaključno može ustanoviti kako su za izradu kvalitetnog digitalnog modela stijene potrebne sustavne laboratorijske analize i integrirani pristup u kojem se uzimaju u obzir prednosti i mane svake metode analize.

Ključne riječi:	kapilarni tlak, centrifuga, polupropusna membrana, stijena, analiza digitalne jezgre, distribucija veličine pora
Završni rad sadrži:	35 stranica, 2 tablice, 27 slika, 21 referencu.
Jezik izvornika:	Hrvatski
Pohrana rada:	Knjižnica Rudarsko-geološko-naftnog fakulteta, Pierottijeva 6, Zagreb
Mentor:	Dr. sc. Domagoj Vulin, redoviti profesor RGNF
Pomoć pri izradi:	Mag. ing. petrol. Marko Gaćina, INA, d. d.
Ocjenjivači:	Dr. sc. Domagoj Vulin, redoviti profesor RGNF
	Dr. sc. Vladislav Brkić, izvanredni profesor RGNF
	Dr. sc. Luka Perković, izvanredni profesor RGNF

University of Zagreb Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering

CORRELATION OF THE MORPHOLOGY OF THE PORE SYSTEM WITH LABORATORY SPECIAL ANALYSES

Branimir Bujanić

Thesis completed at: University of Zagreb

Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering Department of Petroleum and Gas Engineering and Energy Pierottijeva 6, 10 000 Zagreb

Abstract

Capillary pressure is a fundamental parameter in special core analysis because it provides information on the behavior and distribution of fluids within the reservoir rock. In this thesis, capillary pressure measurements performed using the centrifuge method were compared with capillary pressure curves calculated using the analytical methods of the CYDAR program. Capillary pressure measurements in the centrifuge were compared with measurements using the porous plate method, all for the purpose of harmonizing and homogenizing data obtained from CT scans. CT scans are limited by their resolution, and the available data is accurate to 1.5 micrometers. It was found that due to the spatial distribution of pores and pore throats of different sizes, the pore size distribution from laboratory experiments is not the same as that obtained from the analysis of CT scans. Therefore, it can be concluded that systemic laboratory analyzes and an integrated approach are necessary to create a high-quality digital rock model, taking into account the advantages and disadvantages of each analysis method.

Keywords:	capillary pressure, centrifuge, porous plate, rock, digital rock analysis, pore size distribution		
Thesis contains:	35 pages, 2 tables, 27 figures, 21 references.		
Original in:	Croatian		
Archived in:	Library of Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering, Pierottijeva 6, Zagreb		
Supervisors:	Full Professor Domagoj Vulin, PhD		
Tech. assistance:	Marko Gaćina, MEng		
Reviewers:	Full Professor Domagoj Vulin, PhD		
	Associate Professor Vladislav Brkić, PhD		
	Associate Professor Luka Perković, PhD		

SADRŽAJ

PO	PIS SLIKA	II
PO	PIS TABLICA	III
PO	PIS OZNAKA	IV
1.	UVOD	1
2.	METODE ODREĐIVANJA KAPILARNOG TLAKA	2
2.1	Kapilarni tlak primarnog dreniranja	3
2.2.	Metoda saturacije živom	3
2.3.	Metoda polupropusne membrane	7
2.4.	Metoda centrifuge	8
3.	CYDAR	11
3.1.	Programski paket centrifuge	12
3.1.	1 Hassler – Brunner metoda	12
3.1.	2 Forbes metoda	13
4.	POSTUPAK ODREĐIVANJA KRIVULJE KAPILARNOG TLAKA.	15
4.1.	Ulazni podaci	15
4.2.	Rad na centrifugi	17
4.3.	Proračun u CYDAR-u	22
4.4.	Raspodjela veličine pora	24
4.4.	1. Unimodalna i multimodalna raspodjela veličine pora	25
4.4.	2. Proračun raspodjele veličine pora	
5.	INTERPRETACIJA PODATAKA	
6.	ZAKLJUČAK	
7.	LITERATURA	

POPIS SLIKA

Slika 2-1. Krivulje kapilarnog tlaka tijekom procesa dreniranja i imbibicije	2
Slika 2-2. Krivulje kapilarnog tlaka pri utiskivanju žive	4
Slika 2-3. Metoda utiskivanja žive nižeg tlaka	5
Slika 2-4. Automatizirani uređaj utiskivanja žive	6
Slika 2-5. Polupropusna membrana i sustav tijekom provedbe metode	7
Slika 2-6. Metoda polupropusne membrane	8
Slika 2-7. Metoda centrifuge	9
Slika 3-1. Cydar sučelje	11
Slika 4-1. Određivanje gustoće vode	15
Slika 4-2. Određivanje viskoznosti vode	16
Slika 4-3. Držač jezgre s čašicom	18
Slika 4-4. Centrifuga s kamerom	18
Slika 4-5. Odnos vremena i broja okretaja	19
Slika 4-6. Odnos broja okretaja i proizvodnje vode	20
Slika 4-7. Krivulje kapilarnog tlaka određene u centrifugi	21
Slika 4-8. Krivulje kapilarnog tlaka jezgre 2734	22
Slika 4-9. Krivulje kapilarnog tlaka jezgre 2740	23
Slika 4-10. Krivulje kapilarnog tlaka jezgre 3069	23
Slika 4-11. Različiti oblici pora	24
Slika 4-12. Unimodalna (a) i bimodalna (b) raspodjela veličine pora	
Slika 4-13. Raspodjela veličine pora jezgre 2734	27
Slika 4-14. Raspodjela veličine pora jezgre 2740	27
Slika 5-1. Mjerenja kapilarnog tlaka metodom centrifuge i metodom polupropusne membrane	28
Slika 5-2. Raspodjela veličine pora mjereno centrifugom i mjereno metodom polupr	opusne
Slika 5-3. Raspodjela radiusa pora iz CT snimke uzorka 3059	
Slika 5-4. Raspodjela radiusa tijela pora iz CT snimke uzorka 3059	31
Slika 5-5. Raspodjela radiusa grlića pora iz CT snimke uzorka 3059	31

POPIS TABLICA

Tablica 2-1. Vrijeme potrebno za postizanje ravnoteže testova kapilarnog tlaka1	0
Tablica 4-1. Ulazni CYDAR podaci17	7

POPIS KORIŠTENIH OZNAKA I JEDINICA

Oznaka	Jedinica	Opis		
В	-	parametar Hassler – Brunner analitičkog proračuna		
С	-	konstanta promjene mjernih jedinica		
P_c	Pa	kapilarni tlak		
P_{c1}	Pa	kapilarni tlak na udaljenosti r1		
RPM	min ⁻¹	broj okretaja		
r	μm	polumjer pora		
<i>r</i> 1	cm	udaljenost od osi centrifuge do ulaznog kraja jezgre		
<i>r</i> ₂	cm	udaljenost od osi centrifuge do izlaznog kraja jezgre		
S	-	lokalno zasićenje močive faze		
Ī	-	prosječno zasićenje močive faze		
Shb	-	lokalno zasićenje dobiveno Hassler - Brunner jednadžbom		
S_{α}	-	pretpostavka lokalnog zasićenja		
S_{eta}	-	pretpostavka lokalnog zasićenja		
$S_{lphaeta}$	-	pretpostavka lokalnog zasićenja		
Swmax	-	maksimalno zasićenje vode		
Swmin	-	minimalno zasićenje vode		
x	-	parametar Hassler – Brunner analitičkog proračuna		
Δρ	g/cm ³	razlika u gustoći korištenih fluida		
$ ho_a$	g/cm ³	gustoća zraka		
$ ho_w$	g/cm ³	gustoća vode		
α	-	parametar povezan sa S_{α} jednadžbom		
β	-	parametar povezan sa S_{β} jednadžbom		
θ	0	kontaktni kut		
σ	dyne/cm	površinska napetost		
ω	min ⁻¹	brzina vrtnje		

1. UVOD

Tijekom bušenja u naftnoj industriji prikupljaju se uzorci stijena koji su nam potrebni za razumijevanje geologije i svojstava podzemnih slojeva. Jezgrovanje je postupak kojim se uzimaju valjkasti uzorci stijena na određenim dubinama, a najčešće će to biti iz naftonosnih slojeva. Uzorci stijena se nazivaju jezgrama i njima se mora pažljivo rukovati kako bi se sačuvala izvorna svojstva. Jezgre se čiste kako bi se uklonila isplaka i mali ostaci stijena, čime će se osigurati točnost za naknadne analize. Nakon prikupljanja, jezgre se prevoze u laboratorij gdje se pripremaju za daljnje analize, uključujući i laboratorijske specijalne analize. Jezgre se pohranjuju u posebnim uvjetima kako bi se spriječilo propadanje i održao njihov prvotni oblik, te se označavaju kontrolnim brojevima za lakše korištenje u budućim analizama.

Specijalne analize jezgara obuhvaćaju niz tehnika od kojih svaka opisuje specifična svojstva stijene i interakcije fluida. Neke od najčešće korištenih tehnika uključuju mjerenje poroznosti i propusnosti, analizu kapilarnog tlaka, mjerenje relativne propusnosti, eksperimenti zasićenja fluidom, ispitivanje kompresibilnosti stijene te analize močivosti. Parametri koji se dobiju iz analiza mogu se koristiti za određivanje kapaciteta skladištenja ugljikovodika, lakoću kretanja fluida kroz ležišta i sila koje utječu na odnos fluid - stijena. Kapilarni tlak je temeljni parametar u specijalnoj analizi jezgre jer daje informacije o ponašanju i raspodjeli fluida unutar ležišne stijene. Podaci dobiveni analizom kapilarnog tlaka ključni su za određivanje zasićenja fluidom, optimizaciju proizvodnje ugljikovodika, planiranja sekundarnih ili tercijarnih metoda pridobivanja ugljikovodika, određivanje močivosti stijena te pridobivanje krivulja relativnih propusnosti.

Mjerenja kapilarnog tlaka provedena su na centrifugi u petrofizikalnom laboratoriju INA, d.d. U mjerenju su korištene tri jezgre iz kojih su dobiveni podaci kapilarnog tlaka. Ti podaci su potom uneseni u računalni program CYDAR gdje su korišteni kao ulazni podaci za određivanje krivulja kapilarnog tlaka. Podaci su korišteni za određivanje krivulja lokalnog kapilarnog tlaka. Usporedbom krivulja kapilarnog tlaka želi se odrediti je li moguće dobiti poklapanje između eksperimentalnih podataka dobivenih u centrifugi s krivuljom kapilarnog tlaka izračunatom pomoću analitičkih metoda CYDAR programa.

Točnost mjerenog kapilarnog tlaka u centrifugi podložan je interpretaciji. To je rasprava koja traje više od osamdeset godinama, a počeci sežu sve do 40-ih godina 20. stoljeća gdje su Hassler i Brunner postavili osnovne granične uvjete u mjerenju sa centrifugom.

2. METODE ODREĐIVANJA KAPILARNOG TLAKA

Kapilarni tlak je temeljni parametar u mehanici fluida i važan je u proučavanju ponašanja fluida u poroznim medijima. Čimbenici poput teksture stijena, svojstva fluida, razlika gustoća fluida i povijest zasićenja formacija utječu na distribuciju kapilarnog tlaka. Na pouzdanost procjene distribucije kapilarnog tlaka utječe heterogenost u ležišnim stijenama. Da bismo bolje razumjeli distribuciju fluida, nužno je provesti laboratorijske studije o heterogenosti i prikazati realistične modele jezgre pri većem mjerilu. Razina zasićenja za jednake kapilarne tlakove ovisi o tome prolazi li sustav kroz dreniranje ili imbibiciju, različitim kutovima kontakta i zamkama unutar jezgre koje se javljaju tijekom svakog procesa.

U vodomočivom slučaju tijekom primarnog dreniranja potreban je tlak kako bi nemočiva ugljikovodična faza zamijenila pore ispunjene vodom do vrijednosti irreducibilnog zasićenja vode (Biljanović, 2017). Ako se uzorak izloži vodi pri irreducibilnom zasićenju vode, voda će se spontano upiti i postići određenu zasićenost, a vrijednost kapilarnog tlaka je nula. Slučaj pri spontanom upijanju vode se naziva pozitivna ili statička imbibicija. Nakon toga, na močivu fazu mora se primijeniti tlak kako bi se nemočiva faza mogla istisnuti do rezidualnih vrijednosti, taj proces se naziva negativna ili dinamička imbibicija (Ott, 2016). Na Slici 2-1 prikazani su procesi dreniranja i imbibicije.



Slika 2-1. Krivulje kapilarnog tlaka tijekom procesa dreniranja i imbibicije (Vulin, 2016)

2.1. Kapilarni tlak primarnog dreniranja

Krivulja kapilarnog tlaka tijekom primarnog dreniranja pruža podatke koji se koriste za određivanje kvalitete ležišne stijene, raspodjelu veličine pora i karakteristike močivosti. Podaci koji se dobiju procesom mogu i služiti za predviđanje zasićenja fluida. Modeliranje zasićenosti s podacima dubine mogu se koristiti za određivanje količine ugljikovodika u ležištu. Predviđanje zasićenja može odrediti originalno zasićenje kroz iscrpljene zone te odrediti zasićenje u tankim slojevima gdje električna karotaža ne može dati pouzdane podatke. Debljina tranzicijske zone i razina slobodne vode su također vrijednosti koje se mogu predviđati (McPhee et al. 2015).

Močivost je ključan parametar koji treba uzeti u obzir prilikom provođenja testova kapilarnog tlaka. Ležišta koja su danas ispunjena ugljikovodicima u prošlosti su bila ispunjena vodom, a do zamjene dolazi zbog kretanja i migracije fluida. Krivulje kapilarnog tlaka primarnog dreniranja određuju se u vodomočivim uvjetima zbog toga što su ležišne stijene u prirodnim uvjetima bile vodomočive, ali močivost se mijenja zbog migracije fluida. Uzorci koji se koriste pravilno se čiste i potom zasićuju slanom vodom. Plinska faza ugljikovodika uvijek će biti nemočiva u odnosu na fluid, stoga ugljikovodici zaostali nakon čišćenja uzorka neće utjecati na odnos kapilarnog tlaka i zasićenja vode. Metode koje se najčešće koriste za određivanje krivulja kapilarnog tlaka su: metoda saturacije živom, metoda polupropusne membrane i centrifugalna metoda.

2.2. Metoda saturacije živom

Metoda kojom se utiskuje živa (nemočiva faza) u uzorak stijene gdje će zrak predstavljati močivu fazu. Prije samog postupka jezgre moraju biti očišćene i osušene nakon što su prikupljene i skladištene u laboratoriju. Obujam utisnute žive pri svakom koraku odredit će zasićenje nemočive faze. Današnja oprema dopušta tlak utiskivanja i do 60 tisuća psi što će dovesti do ispunjenja i onih slabo povezanih pora, a može se koristiti i u uzorcima malih propusnosti. Jezgra se postavlja u spremnik pun žive, koji se sastoji od ćelije pod tlakom koja služi kao ulaz za utiskivanje žive. Živa se utiskuje u jezgru pod sve većim tlakom. Prilikom utiskivanja živa će doseći najveću vrijednost zasićenja nemočive faze (S_{wmax}). Nakon toga dolazi do smanjenja tlaka i određuje se druga krivulja koja se javlja pri smanjenju tlaka i zasićenja do minimalne vrijednosti (S_{wmin}) što se vidi na Slici 2-2. Potom se ponovno povećava tlak i želi se postići vrijednost najvećeg tlaka kao kod prvog koraka utiskivanja.



Slika 2-2. Krivulje kapilarnog tlaka pri utiskivanju žive (uređeno od Tiab i Donaldson, 2012)

Metoda utiskivanja žive može se podijeliti na proces visokog i niskog tlaka. Za različite slučajeve koristi se različita aparatura.

Pri procesu nižeg tlaka, uzorak poznatog pornog volumena uranja se u živu u vakuumiranom prostoru unutar mjerne komore, a razina žive prije je određena kako bi uzorak bio u potpunosti uronjen. Pomoću smanjenja tlaka vakuuma, dolazi do ulaska žive unutar uzorka te se prati obujam utisnute žive. Tlak koji utiskuje živu unutar uzorka stvara se pomoću dušika, a kontrolira se pomoću ventila. Na mjernoj komori nalazi se prozor pomoću kojeg se regulira razina žive, nakon ulaska žive unutar uzorka razina žive će padati, a nadomješta se pomoću pumpe koja utiskuje dodatnu živu koja služi za potpuno ispunjen porni volumen uzorka. Ovaj korak se ponavlja pri bilježenju obujma utisnute žive tijekom svakog stanja ravnoteže. Tlakovi koji se javljaju mogu ići do 2000 psi, a koristi se 20 do 30 koraka promjene tlaka za utvrđivanje krivulje dreniranja. Zasićenje živom računa se kao postotak pornog volumena pri svakoj promjeni tlaka što će dovesti do krivulje kapilarnog tlaka (McPhee, 2015). Na Slici 2-3 prikazana je aparatura koja se koristi za metodu utiskivanja žive pri nižem tlaku.

Bourdon manometri (Heise)



Slika 2-3. Metoda utiskivanja žive nižeg tlaka (Vulin, 2016)

Metoda koja koristi viši tlak je automatizirana metoda gdje se uzorak stavlja unutar penetrometra koji se sastoji od čašice uzorka i kapice sa električnim kontaktom na vrhu. Živa se nalazi u staklenoj kapilari koja je povezana s penetrometrom, a prilikom povećanja tlaka dolazi do ulaska žive unutar pentrometra. Nakon što je uzorak smješten unutar penetrometra dolazi do ulaska žive pri povećanju tlaka, a višak žive će se vratiti unutar kapilare. Uređaj sam prikuplja podatke i nakon što tlak dosegne vrijednost od 2000 psi, uzorak se smješta unutar visokotlačne komore gdje tlak može dosegnuti 60000 psi. Uređaj koji se koristi za postupak nalazi se na Slici 2-4.



Slika 2-4. Automatizirani uređaj utiskivanja žive (McPhee et al., 2015)

Zbog velikog broja podataka koje pruža test s visokim tlakom, testovi utiskivanja žive koriste se za određivanje veličine i raspored pora. Proračun se provodi na jednadžbi

$$r = \frac{C2\sigma\cos\theta}{P_c} \tag{2-1}$$

gdje su: r - polumjer pora (μ m),

- C konstanta promjene mjernih jedinica,
- σ površinska napetost (dyne/cm),
- θ kontaktni kut (stupnjevi),
- P_c kapilarni tlak (psi).

Prednosti ove metode su vrijeme koje je potrebno za postizanje ravnoteže unutar jezgre u usporedbi s metodom polupropusne membrane i centrifugalne metode te mogućnost određivanja veličine i distribucije raspodjela pora. Također, mogu se koristiti visoki tlakovi utiskivanja i odrediti mehanička čvrstoća stijene (Ma, 1992).

Živa pri visokim temperaturama i tlakovima može uništiti teksturu unutar uzorka što će uništiti raspodjelu pora. Kompresibilnost stijene je bitna zbog rada s velikim tlakom, ukoliko se sutav ne prilagodi na rad s određenom stijenom doći će do nepouzdanih rezultata. Još od nekih nedostataka su ti što će živa ispuniti cijeli porni volumen, a tim se ne može odrediti irreducibilno zasićenje močive faze, te živa je razarajući element koji će uništiti uzorak i učiniti ga neupotrebljivim. Korištenje žive ne predstavlja stvarne uvjete u podzemlju i smatra se otrovnim, opasnim fluidom kojim se mora oprezno rukovati u laboratorijskim uvjetima visokih temperatura i visokih tlakova.

2.3. Metoda polupropusne membrane

Metodu polupropusne membrane za proračun krivulja kapilarnog tlaka u poroznim medijima predstavili su McCullough i dr. (1944). Osnove metode temelje se na konceptu nepromjenjive saturacije vode koju je uveo Hassler 1944. Točnost mjerenja povećala se kada se počela koristiti volumetrijska metoda za mjerenje saturacije. Do 60-ih godina prošlog stoljeća, metoda se uveliko koristila u naftnoj industriji.

Zasićeni uzorak smješta se s jednim krajem na polupropusnu membranu i u koracima se povećava tlak pomoću plina ili nafte na drugom kraju uzorka. Membrana mora biti zasićena s istim fluidom kao što je i zasićen uzorak. Propusna membrana ima relativno pravilno raspoređene homogene pore. Na Slici 2-5 prikazana je stvarna membrana (lijevo) i dijelovi membrane (desno). Različite membrane mogu se koristiti, a to ovisi o početnom tlaku koji će izazvati kretanje fluida. U sustavima zrak – voda tlak se kreće oko 200 psi, a u sustavima nafta – voda početnom tlaku vrijednost varira oko 75 psi. Voda se izbaciva nakon postignutog početnog tlaka, a potom se u koracima pomoću zraka ili nafte povećava tlak i time istiskuje sve više vode iz uzorka. Test se provodi sve dok se ostvaruje proizvodnja vode, a nakon što završi proizvodnja može se zaključiti da je postignuto irreducibilno zasićenje vode (McPhee, 2015).



Slika 2-5. Polupropusna membrana i sustav tijekom provedbe metode (uređeno McPhee, et al., 2015)

Najveći nedostatak metode je što postoji ograničenje kapaciteta tlaka. Potrebno je puno vremena za postizanje ravnoteže između faza, što je čini nepraktičnom za brze i učinkovite analize. Ostali izazovi metode uključuju teškoće pri stvaranju jednakih uvjeta močivosti

uzoraka i potencijalne gubitke kontakta između uzorka i membrane. Dodatna komplikacija može nastati zbog difuzije plina u membranu, što može ometati mjerenje (Ma, 1992). Nemočiva faza želi pod utjecajem tlaka istisnuti močivu fazu unutar jezgre kroz membranu (Slika 2-6).



Slika 2-6. Metoda polupropusne membrane (Vulin, 2016)

Prilikom tehnološkog napretka, uvedeni su novi materijali za proizvodnju membrane te se omogućio rad s većim tlakovima, u nekim slučajevima do 1000 psi. Snažnije membrane zahtijevaju duže vrijeme prolaska tekućine kroz njih, što će dodatno produljiti vrijeme postizanja ravnoteže. Metoda polupropusne membrane pruža uvid u odnose kapilarnog tlaka, ali izbor metode će ovisiti o efikasnosti i praktičnosti provedbe metode za određene uzorke.

2.4. Metoda centrifuge

Počeci ove metode sežu do početka 20. stoljeća, kada su Briggs i McLane 1907. godine koristili centrifugu kako bi stvorili djelomičan vakuum na bazi uzorka jezgre. Ovu metodu kasnije će početi koristiti McCullough 1944. godine i uvesti u naftnu industriju.

Cilj metode je brzo premjestiti fluide unutar poroznih medija te odrediti točku irreducibilne zasićenosti fluida te potom odrediti krivulju kapilarnog tlaka kao funkciju zasićenja vode. Osnove metode koje se koriste i danas postavili su Hassler i Brunner 1944. godine.

Proračuni se provode na uzorcima koji su u potpunosti zasićeni jednim fluidom ili su zasićeni s dva fluida gdje je vrijednost zasićenosti jednog fluida na irreducibilnoj vrijednost. Fluid veće gustoće pod utjecajem centrifugalnih gravitacijskih sila kreće se od središta rotacije, a fluid manje gustoće kreće se prema središtu rotacije. U slučaju primarnog dreniranja, uzorak sa stopostotnim zasićenjem stavlja se u držač jezgre gdje povećanjem brzine vrtnje dolazi do većih gravitacijskih sila. Držač jezgre smješten je prema središtu rotacije u slučaju dreniranja, a u slučaju imbibicije uzorak je postavljen prema vanjskoj granici centrifuge. Voda se istiskuje i kreće od središta rotacije, a manje gušći fluid (voda ili nafta) zamjenjuje istisnutu vodu. Uzorci se mogu pregledati pomoću CT uređaja i tako odrediti anomalije ili heterogenost unutar stijene.

Testovi primarnog dreniranja provode se na uzorcima koji su očišćeni i osušeni, a nakon toga zasićeni vodom. Prilikom pripreme uzorka, treba se pripaziti da se ne ošteti uzorak što može dovesti do promjene morfologije uzorka. Ukoliko se promjeni poroznost uzorka, podaci kapilarnog tlaka neće biti pouzdani. Testovi se provode u ultra centrifugama, a to su pouzdani uređaji koji mogu postići brzinu okretaja i do 20 tisuća okretaja u minuta. Prilikom vrtnje dolazi do povećanja temperature što onemogućuje postizanje maksimalne brzine i tada će se brzina ograničiti na 10 tisuća okretaja u minuti (McPhee, 2015). Centrifuga je sastavljena od rotora na koji su postavljena vratila, a na vrhu vratila nalazi se držač jezgre (Slika 2-7).



Slika 2-7. Metoda centrifuge (Vulin, 2016)

Prilikom stvaranja postupka javili su se izazovi; složenost rješavanja integralne jednadžbe, održavanjem graničnih uvjeta na izlazu gdje su ustanovili da je vrijednost kapilarnog tlaka nula te utjecaj kavitacije, odnosno stvaranje mjehurića pri strujanju fluida gdje je moguće stvaranje dodatnog tlaka pri pucanju mjehurića ispunjenih parama.

Netočnost koja se javlja pri izradi drenažnih krivulja kapilarnog tlaka pomoću centrifuge povezuje se s interpretacijom podataka, a ne s eksperimentalnim procesom ili izgledom krivulje kapilarnog tlaka. Važno je koja se metoda koristi za rješavanje jednadžbe centrifuge, a odabir ovisi o geometrijskim značajkama uzorka. Greške će se javiti i ukoliko se ne uključe centrifugalni (Melrose, 1988) i radijalni (Ayappa et al., 1993) utjecaj na krajnji rezultat. Prikladno rješenje jednadžbe može se postići ako se koristi određena metoda koja će proizvesti najmanje grešaka, a na to utječu karakteristike centrifuge i geometrijske značajke uzorka.

Centrifugalna metoda nadmašuje metodu s polupropusnom membranom po brzini, ali nije brža od metode ubrizgavanja žive. U Tablici 2-1 prikazano je preporučeno vrijeme testa i vrijeme testa pri korištenju u industriji. Prednost leži u korištenju kompatibilnih fluida, vodazrak ili voda-nafta, što može pomoći pri stvaranju sličnih uvjeta u ležištu. Pretpostavke koje su postavili Hassler i Brunner i danas se istražuju te želi se osmisliti metoda koja će najtočnije proizvesti krivulje kapilarnog tlaka.

Tablica 2-1. Vrijeme potrebno za postizanje ravnoteže testova kapilarnog tlaka (uređenoMcPhee et al., 2015)

Metoda	Trajanje testa u industriji	Preporučeno vrijeme (minimalno)	
Centrifuga	1-2 sata (po tlaku)	24 sata (visoka propusnost – po tlaku)	
		48 sati (niska propusnost – po tlaku)	
Polupropusna	3-4 dana (po tlaku)	10 dana (visoka propusnost – po tlaku)	
membrana		30-40 dana (niska propusnost – po tlaku)	
Utiskivanje	3-4 sata (cijela krivulja)	8 sati (cijela krivulja)	
žive			

3. CYDAR

Potreba za naprednim analitičkim alatima nikada nije bila važnija u području naftnog inženjerstva i geoznanosti. CYDAR je razvijen kao program koji osigurava jednostavnost korištenja i analitičku preciznost. Razvijen u operativnom sustavu Windows, CYDAR pruža korisničko sučelje koje mogu koristiti korisnici bez dubokog znanja o numeričkoj simulaciji ili ležišnom inženjerstvu (Slika 3-1).



Slika 3-1. Cydar sučelje (Cydarex, n.d.)

Mogućnosti CYDAR-a sežu do simulacija saturacija živom, određivanja apsolutnih propusnosti i eksperimenata s dvofaznim protokom, gdje nudi sveobuhvatna rješenja za različite analitičke potrebe. Programski paket saturacije živom ističe se brzim unosom podataka i trenutačnim proračunom, što omogućuje učinkovite izračune kapilarnog tlaka tijekom drenaže. Proračun apsolutne propusnosti nadmašuje tradicionalne metode proračunskih tablica, eliminirajući pogreške i promiče preciznost.

Unos podataka je pojednostavljen i brz, a tako i izlazni podaci mogu se dalje koristiti u programu kao što je Microsoft Excel. CYDAR omogućava budućnost gdje je vrhunska analiza omogućena svima, a ne samo stručnjacima u ležišnom inženjerstvu.

3.1. Programski paket centrifuge

Paket pretvara podatke prosječne zasićenosti dobivene iz eksperimenta u podatke lokalnog zasićenja na ulazu u jezgru i omogućava određivanje relativne propusnosti. Glavne značajke paketa su određivanje obujma fluida pri dreniranju ili imbibiciji, odabir metoda za interpretaciju podataka te određivanje relativnih propusnosti pomoću Hagoortove metode (Cydarex, 2018).

U ovom radu koristi se glavni programski paket dvofaznog protoka gdje se želi iz eksperimentalnih podataka utvrditi krivulje kapilarnog tlaka. Pomoću paketa centrifuge želi se odrediti krivulja lokalnog kapilarnog tlaka iz podataka proizvodnje vode pri dreniranju. Podaci se mogu unositi kao zasićenje fluida i kapilarni tlak ili zasićenje fluida i brzina okretaja. Metode koje se koriste za proračun krivulje lokalnog kapilarnog tlaka iz krivulje prosječnog kapilarnog tlaka su analitičke metode; Hassler-Brunner, kontinuirana Forbes metoda i Forbes + splines optimizacija.

3.1.1. Hassler – Brunner metoda

Eksperiment koristi jezgre potpuno zasićene s vodom. Vanjska tekućina koja će istiskivati vodu može biti nafta ili zrak, u ovom slučaju korišten je zrak. Jezgra je postavljena u vertikalno orijentiranu čašu centrifuge, koja se prebacuje u horizontalni položaj pri visokim brzinama okretaja. Ključni parametri uključuju udaljenosti od osi rotacije centrifuge do ulaznog i izlaznog kraja jezgre. Osnovna jednadžba koja je postavljena izgleda ovako;

$$\overline{S}(P_{c1}) = \frac{1+\sqrt{1-B}}{2} \int_0^1 \frac{S(P_c)}{\sqrt{1-Bx}} dx$$
(3-1)

$$P_{c1} = \frac{1}{2} \Delta \rho \omega^2 \left(r_2^2 - r_1^2 \right)$$
(3-2)

gdje su: \overline{S} - prosječno zasićenje močive faze,

 P_{c1} - kapilarni tlak na udaljenosti r_1 (Pa),

$$B = 1 - (r_1/r_2)^2$$

 r_1 - udaljenost od osi centrifuge do ulaznog kraja jezgre (cm),

 r_2 - udaljenost od osi centrifuge do izlaznog kraja jezgre (cm),

$$x = P_c/P_{c1},$$

S - lokalno zasićenje močive faze,

 P_c - kapilarni tlak (Pa),

 $\Delta \rho$ - razlika u gustoći korištenih fluida (g/cm³), ω - brzina vrtnje (min⁻¹).

Jednadžba 3-1 služi kao osnovna jednadžba iz koje su nastale nove analitičke metode gdje se pomoću integrala i diferencijalnih jednadžba želi doći do što točnijih rezultata. Problem se javlja kada se želi odrediti $S(P_c)$ iz $\overline{S}(P_{c1})$ pomoću preoblikovane jednadžbe, slučaj vrijedi i za proces dreniranja i imbibicije. Rješenja se dijele na ona koja zahtijevaju integraciju i diferencijaciju te ona koja zahtijevaju samo diferencijaciju (Chen i Ruth, 1993). Određena rješenja su pouzdana samo za ograničene vrijednosti *B* i P_c . Metode proračuna mogu biti nepouzdane zbog odabira analitičke metode za određivanja prosječnog zasićenja fluida. Odabirom prosječnih vrijednosti i optimizacijom podataka želi se umanjiti pogreška prosječnog zasićenja, a time i vrijednosti lokalnog zasićenja.

Kompresibilnost jezgre zanemaruje se zbog primarnog interesa za konsolidirane stijene u naftnoj industriji (Chen, 1997). Kada centrifuga postigne određenu brzinu okretaja, zrak će početi istiskivati vodu. Proizvedena voda se skuplja na produženom kraju čaše centrifuge. Tijekom eksperimenta, brzina okretaja povećava se korak po korak, držeći ju stalnom sve dok proizvodnja vode ne prestane, što označava postizanje ravnoteže između fluida. Prosječna zasićenost vodom zatim se izvodi iz početnog obujma jezgre i količine proizvedene vode.

Pretpostavke koje se i danas proučavaju i provjerava se njihov utjecaj na točnost podataka jesu: vrijednost kapilarnog tlaka na izlazu jezgre je nula, nema utjecaja kavitacije, vrijeme postizanja ravnoteže fluida i homogenost jezgre. Ova metoda postavljena je kao osnova pri proračunu krivulja kapilarnog tlaka pomoću centrifuge te se i danas koristi te nadograđuje različitim poboljšanjima za povećanje točnosti proračuna.

3.1.2. Forbes metoda

Problemi kod prijašnje metode javljaju se pri pretvaranju podataka proizvodnje vode u podatke lokalnog zasićenja. Forbes (1991) je razvio dva oblika rješenja jednadžbe centrifuge. Prvi oblik rješenja daje zadovoljavajuće rezultate u odnosu na druge metode, ali problemi se javljaju kada se optimizira krivulja lokalnog zasićenja, koja može odstupati od prave krivulje lokalnog zasićenja ukoliko se ne postupi pravilno pri optimizaciji. Drugi oblik rješenja razvijen je za veći interval vrijednosti B i P_c te daje precizne rezultate i omogućava brz postupak pri korištenju podataka prosječnog zasićenja. Prvi oblik rješenja može poslužiti

kao usporedba podataka, ukoliko se koristi samo drugi oblik rješenja. Drugi oblik može se sažeti u tri jednadžbe koje se koriste pri procesu dreniranja:

$$S_{\alpha}(P_{c}) = \bar{S}(P_{c}) + \frac{P_{c}}{1+\alpha} \frac{d\bar{S}}{dP_{c1}}(P_{c}), \alpha = \frac{1-\sqrt{1-B}}{1+2\sqrt{1-B}}$$
(3-3)

$$S_{\beta}(P_{c}) = (1+\beta) \int_{0}^{1} x^{\beta} S_{HB}(xP_{c}) dx , \beta = \frac{2}{\alpha}$$
(3-4)

$$S(P_c) = S_{\alpha\beta} = \frac{B}{2}S_{\beta} + \left[1 - \frac{B}{2}\right]S_{\alpha}; 0 \le B \le 1$$
 (3-5)

gdje su: S_{α} - pretpostavka lokalnog zasićenja,

 P_c - kapilarni tlak (psi),

 \overline{S} - prosječno zasićenje močive faze,

 α - parametar povezan sa S_{α} jednadžbom,

 P_{c1} - kapilarni tlak na udaljenosti r_1 (psi),

$$B = 1 - (r_1/r_2)^2,$$

 r_1 - udaljenost od osi centrifuge do ulaznog kraja jezgre (cm),

 r_2 - udaljenost od osi centrifuge do izlaznog kraja jezgre (cm),

 S_{β} - pretpostavka lokalnog zasićenja,

 β - parametar povezan sa S_{β} jednadžbom,

x - integracijska varijabla,

 S_{HB} - lokalno zasićenje dobiveno Hassler - Brunner jednadžbom 3-1,

 $S_{\alpha\beta}$ - pretpostavka lokalnog zasićenja.

Koristi se skup jednadžba koje se na kraju spajaju i daju preciznu pretpostavku lokalnog zasićenja. Ovaj način je potreban jer S_{α} daje podatke koji su manji od stvarnog lokalnog zasićenja, a S_{β} može premašiti točne podatke. Ovaj primjer jednadžba koristi se u CYDAR programu pri proračunu krivulje lokalnog zasićenja, a još se koristi "spline" optimizacija koja će omogućiti točnije rezultate (Bauget et al., 2012).

4. POSTUPAK ODREĐIVANJA KRIVULJE KAPILARNOG TLAKA

4.1. Ulazni podaci

Nakon odabira jezgara koje će biti korištene u procesu centrifugiranja, izmjere se geometrijska svojstva jezgre. Također, jezgre se važu prije nego što se zasite slanom vodom. Tako će se dalje odrediti porni volumen preko razlike masa suhog i zasićenog uzorka (Pinter i Bodi, 2012). Podaci koji ovise o temperaturi su gustoća i viskoznost vode, a vrijednosti su dobivene pomoću proračuna na Slici 4-1 i 4-2.



Slika 4-1. Određivanje gustoće vode



Slika 4-2. Određivanje viskoznosti vode

Pomoću općenitih podataka viskoznosti i gustoće vode pri određenim temperaturama moguće je odrediti funkcije koje mogu odrediti određene podatke gustoće ili viskoznosti pri određenoj tempraturi, u ovom slučaju potrebni su podaci na temperaturi od 25 Celzijevih stupnjeva. Nakon ovog proračuna poznati su svi općeniti podaci jezgre i fluida koji će se koristiti u proračunu u centrifugi i programu CYDAR (Tablica 4-1).

Oznaka jezgre	2734	2740	3069
Promjer jezgre (d), cm	3,80	3,80	3,82
Duljina jezgre (L), cm	3,93	4,00	3,88
Promjer jezgre (A), m ²	11,341	11,341	11,461
Poroznost jezgre (Φ), %	16,73	17,02	17,01
Propusnost jezgre (k), mD	10,56	14,13	10,71
Masa suhe jezgre (m ₀), g	101,778	103,423	101,983
Masa zasićene jezgre (m100), g	108,842	110,766	109,362
Porni volumen (V _p), cm ³	6,986	7,262	7,293
Gustoća vode, (ρ_w), g/cm ³	1,0112	1,0112	1,0112
Gustoća zraka (pa), g/cm ³	0,0012	0,0012	0,0012
Viskoznost vode (µw), Pa×s	0,98873	0,98873	0,98873
Viskoznost zraka (µa), Pa×s	0,01562	0,01562	0,01562

Tablica 4-1. Ulazni CYDAR podaci

4.2. Rad na centrifugi

Centrifuga želi simulirati proces dreniranja koji se može povezati s ležišnim uvjetima. U podzemlju fluid protječe zbog razlike tlaka, ovdje se želi stvoriti gravitacijski utjecaj, gdje gravitacija nastaje zbog okretaja rotora centrifuge i želi istisnuti vodu koji se nalazi u jezgri. Prilikom okretaja rotora, zrak (fluid manje gustoće) želi potisnuti vodu (fluid veće gustoće) te što je veća brzina okretaja to će više vode izlaziti (Jing i van Wunnik, 1998). Voda se skuplja na drugom kraju graduirane čašice (Slika 4-3) i prati pomoću kamere. Voda će se proizvoditi sve dok se ne postigne stanje ravnoteže između centrifugalnih i kapilarnih sila. Cijeli sutav je spojen na računalo, a pomaci u razini vode koje se nakuplja vide se kao jedinice piksela na slici. Bitno je naglasiti, pravilno postavljanje kamere je potrebno za točne proračune. Greška se primjeti gledanjem u kameru te ukoliko je u potpunosti crna slika, kamera se mora pravilno kalibrirati. Na Slici 4-4 prikazana je kamera s četiri držača jezgre.



Slika 4-3. Držač jezgre s čašicom (uređeno McPhee et al., 2015)



Slika 4-4. Centrifuga s kamerom (uređeno McPhee et al., 2015)

Centrifugi je određena vrtnja na deset koraka, rotor se pokreće i počinje vrtnju na tisuću okretaja po minuti, s tim da se brzina mora stabilizirati u početku, a to će potrajati tri minute. Vrtnja se odvija na svakoj tisućici sve do brzine od deset tisuća okretaja u minuti gdje se

očekuju najveći kapilarni tlakovi i najveća ukupna proizvodnja vode. Na Slici 4-5 vidi se kako je povećanje okretaja brzine linearan proces, gdje je razlika između svakog koraka prosječno dva sata. Ukupno vrijeme rotacije je dvadeset sati, jedna od najvećih prednosti korištenja centrifuge za proračun kapilarnog tlaka.



Slika 4-5. Odnos vremena i broja okretaja

Centrifuga okretanjem stvara silu koja potiče zrak na istiskivanje vode iz jezgre. Na Slici 4-6 vidi se kako najveću proizvodnju centrifuga postiže prilikom povećanja brzine s tisuću okretaja na dvije tisuće okretaja. Nakon toga dolazi do pada u proizvodnji. Uvjeti se mogu poistovjetiti s ležišnim uvjetima, gdje nakon otkrivanja ležišta, dolazi do najveće proizvodnje zbog najvećih razlika tlakova. Prilikom daljnjeg povećanja brzine okretaja, dolazi do pada nagiba krivulje. Može se zaključiti da nakon drugog koraka promjene brzine, proizvodnja je veća od 50% ukupne proizvodnje kod svake jezgre.



Slika 4-6. Odnos broja okretaja i proizvodnje vode

Tijekom dvadeset sati rada centrifuge proizvedeno je 4570 jedinica podataka. Podaci koji su korišteni za proračun kapilarnog tlaka je proizvodnja vode izražena kao postotak pornog volumena. Zbog konstantnog rada i promjene brzine centrifuge, moguća je bilješka podataka koji se moraju zanemariti. Tako su određeni koraci zabilježili negativne rezultate proizvodnje ili skokove u proizvodnji koji su u tom trenutku nemogući. Takvi podaci se češće vide na početku, prilikom stabilizacije brzine okretanja centrifuge, a također se mogu vidjeti prilikom promjene brzine okretanja.

Vrijednosti proizvodnje vode uzimaju se kao prosječne vrijednosti pri kraju okretanja na određenoj brzini, jer proizvodnja ne raste linearno, nego se također javljaju skokovi u proizvodnji. Kada je određen prosjek za svaki određeni broj okretaja, može se nastaviti na proračun kapilarnog tlaka. Ovdje se vidi ljudski utjecaj na proračun, gdje je potrebno odrediti prosjek proizvodnje s tim da se nemogući ili neprikladni podaci moraju ukloniti i ne uvrstiti u proračun.

Kapilarni tlak pri svakoj brzini okretaja određuje se pomoću jednadžbe;

$$P_c = 7,94 \cdot 10^{-8} \cdot (\rho_w - \rho_a) \cdot RPM^2 \cdot r^2 \tag{4-1}$$

gdje su: P_c - kapilarni tlak (psi),

 ρ_w - gustoća vode (g/cm³),

 ρ_a - gustoća zraka (g/cm³),

RPM - broj okretaja (min⁻¹),

r - udaljenost od osi centrifuge do držača jezgre (cm).

Sada je određen kapilarni tlak pri svakoj brzini okretaja i može se vidjeti odnos sa zasićenjem vode na Slici 4-7. Jezgre su stopostotno zasićene vodom na početku rada centrifuge pa se zasićenje vode odredi samo oduzimanjem od proizvodnje vode. Eksperimentalni podaci kapilarnog tlaka i zasićenja vode dalje će se koristiti kao ulazni podaci u simulacijskom proračunu CYDAR.



Slika 4-7. Krivulje kapilarnog tlaka određene u centrifugi

4.3. Proračun u CYDAR-u

Prije samog proračuna potrebno je unijeti ulazne podatke jezgre, fluida i odrediti o kojem se eskperimentu radi. Vrijednosti prosječnog zasićenja vode i broj okretaja centrifuge su podaci koji se unesu i potom je izračunat kapilarni tlak u odnosu prosječnog zasićenja. Bitno je nakon toga odrediti interpolaciju koja će podesiti podatke i dati zadovoljavajuću krivulju kapilarnog tlaka. Hermite i splines interpolacija daju najbolje rezultate u ovom slučaju, a za sve tri jezgre korištena je Hermite interpolacija (Cydarex, 2018).

Metode koje se koriste za proračun kapilarnog tlaka su: Hassler – Brunner, kontinuirana Forbes i Forbes + splines metoda. Prve dvije metode daju rezultate koji odstupaju od proračunate krivulje kapilarnog tlaka i stoga je treća metoda, Forbes + splines, najbolja za korištenje i usporedbu rezultata za ovaj slučaj. Metoda uz jednadžbu 3-5 koristi i optimizaciju rezultata što će dovesti do boljeg poklapanja s izvornom krivuljom kapilarnog tlaka, izračunatom na samom početku rada u CYDAR-u. Ukoliko su dobiveni rezultati zadovoljavajući, može se nastaviti s usporedbom podataka.

Provjera krivulje lokalnog kapilarnog tlaka provodi se usporedbom krivulja prosječnog kapilarnog tlaka dobivenih iz eksperimentalnih podataka i podataka dobivenih pomoću Forbes + splines metode. Na Slikama 4-8, 4-9 i 4-10 vidi se poklapanje krivulja i rezultati se mogu prihvatiti kao zadovoljavajući.



Slika 4-8. Krivulje kapilarnog tlaka jezgre 2734



Slika 4-9. Krivulje kapilarnog tlaka jezgre 2740



Slika 4-10. Krivulje kapilarnog tlaka jezgre 3069

Određivanje kapilarnog tlaka pomoću CYDAR-a još uvijek je u početnoj fazi istraživanja. Potrebni su pouzdani i provjereni podaci koji mogu potvrditi uspješnost simulacije programa. Program se može opisati kao lak za korištenje i nije potrebno mnogo vremena za naučiti određene funkcije i kako doći do određenog cilja koji korisnik želi.

4.4. Raspodjela veličine pora

Pore se javljaju u različitim veličinama i oblicima. U većini slučajeva naftne industrije polumjer pora kreće se od 1 nm na više. Polumjer pora ovisi o vrsti stijene, veličini čestica i poroznosti. Povezanost pora je važan čimbenik prilikom proizvodnje ugljikovodika jer bolja povezanost će značiti veću proizvodnju. Na Slici 4-11 vide se vrste različitih pora koje mogu biti povezane, ali i ne moraju. Otvorene pore su poželjan slučaj gdje se pore nadovezuju u ostale dijelove stijene i omogućuju prolazak fluida. "Slijepe" pore opisuju pore koje na jednom kraju imaju otvoren prolaz, a na drugom su ograničene matriksom stijene. Zatvorene pore u sebi mogu sadržavati ugljikovodike, ali nisu povezane s ostalim sustavom pora i proizvodnja iz tih pora je onemogućena.



Slika 4-11. Različiti oblici pora (uređeno Anton Paar, n.d.)

Veličine pora mogu se odrediti pomoću testova plinske adsorpcije. Test se koristi za određivanje raspodjele veličine pora, porni volumen dostupnih otvorenih pora i opisivanje površine jezgre. Metoda se koristi na jezgrama s radijusom pora od 0,35 nm preko 100 nm (Anton Paar, n.d.), a analiza se provodi preciznim metoda pomoću vakuum volumetrijske i gravimetrijske adsorpcijske metode. Plinska adsorpcija se provodi pomoću zeolita, gline i aktivnog ugljika.

U jezgre se utiskuje adsorpcijski plin, npr. dušik ili argon, koji se zadržava na točki ključanja te zapisuju se razlike u obujmu i masi kada je postignuta termodinamička

ravnoteža. Plin se utiskuje u više intervala na različitim tlakovima kako bi se stvorila izoterma. Izoterma je krivulja adsorbiranog obujma plina kao funkcija tlaka pri konstantnoj temperaturi koja služi za određivanje veličine pora i porni volumen.

Utiskivanje žive također se koristi za određivanje veličine pora. Koristi se u intervalu radijusa pora od 3,2 nm do 400 µm. Živa se utiskuje pod tlakom i koristi se jednadžba 2-1 za određivanje radijusa pora. Raspodjela veličine pora se promatra pomoću obujma utisnute žive u pore kao funkcija tlaka utiskivanja. Povezivanjem tlaka utiskivanja pri kojem dolazi do ispunjavanja pora, raspodjela veličine pora je proračunata. Veličina čestica je bitan faktor jer mogu postojati pore unutar čestica, zato je bitno znati svojstva stijene kako bi interpretacija rezultata bila što točnija.

Ukoliko su pore otvorene i potrebno je bolje razumjeti utjecaj materijala na prolaz fluida, koristi se porometrija kapilarnog protoka. Metodom se definiraju veličine pora od 13 nm do 500 µm ili više. Močivi fluid ispunjava jezgru i pore te se istitskuje pomoću zraka utiskivanog pod tlakom. Raspodjela veličine pore određuje se pomoću podataka o protoku zraka kroz uzorak. Metoda se koristi za određivanje količine različitih puteva prolaska kroz određene veličine pora. Prije odabira metode moraju se sagledati čimbenici koji utječu na rezultate; koji je interval veličine pora, koje se stijene koriste i koje su vrste pora koje će biti proučavane.

4.4.1. Unimodalna i multimodalna raspodjela veličine pora

Jezgre mogu sadržavati čestice različitih veličina što može dovesti do stvaranja pora različitih veličina. Raspodjela veličine pora dijeli se na unimodalnu ili multimodalnu. Veća heterogenost uzorka može dovesti do većih razlika čestica u veličini, a time i različitih veličina pora. Na Slici 4-12 prikazan je slučaj gdje se koristila zemlja i stijena, slučaj se može poistovjetiti sa slučajem jezgara. U slučaju a) može se vidjeti kako približno jednake čestice mogu stvoriti i pore jednake veličine. Na grafu se nalazi krivulja raspodjele veličine pora i gustoća (učestalost) pora, gdje se vidi jedan pregib u gornjoj krivulji i jedan skok u donjoj krivulji. Promjene na krivuljama označavaju da se radi o unimodalnom slučaju. U drugom slučaju b) postoje čestice s različitim veličinama i to će dovesti do stvaranja pora različitih veličina. Na grafu se vide dva pregiba u gornjoj i dva skoka u donjoj krivulji čime se zaključuje da se radi o bimodalnom slučaju. Ukoliko dobivene krivulje sadrže i više od dvije promjene tada se radi o multimodalnoj raspodjeli veličine pora (Zhang i Chen, 2017).



Slika 4-12. Unimodalna (a) i bimodalna (b) raspodjela veličine pora (uređeno Zhang i Chen, 2017)

Ako jezgre sadrže vodu, u multimodalnom slučaju, ukupan obujam vode je suma obujma vode koja je sadržana u različitim veličinama pora. Krivulje raspodjele veličine pora u bimodalnom i multimodalnom slučaju mogu se odrediti pomoću unimodalnog proračuna za svaki različiti skup pora, znači dva ili više skupova. Proračun će se provjeriti pomoću volumetrijskih podataka vode za koju je poznat ukupan obujam unutar jezgre.

4.4.2. Proračun raspodjele veličine pora

Spomenuto je da se veličina pore može odrediti porometrijom kapilarnog protoka. Usporedno s tom metodom, mogu se iskoristiti podaci koji su dobiveni u centrifugi i CYDAR programu. Uzorci ispunjeni vodom smješteni su u centrifugu i nakon procesa istiskivanja vode pomoću zraka dobiveni su podaci koji su uvršteni u CYDAR. Korištenjem jednadžbe 2-1, radijus pora se pretpostavlja i nakon toga izračuna kapilarni tlak. Zasićenje vodom određuje se pomoću već određene krivulje kapilarnog tlaka u CYDAR-u. Kapilarni tlak određen s pretpostavljenim radijusom pora, pomoću interpolacije na krivulji kapilarnog tlaka dobivenog iz lokalnog zasićenja, daje vrijednosti zasićenja vode. Interpolacija je korištena za određivanje preciznih vrijednosti zasićenja. Interval promjene radijusa je 1 nm

radi što točnijeg određivanja veličine pora. Nakon određenog zasićenja, moguće je odrediti koliki postotak pornog volumena zauzima voda, te u kojem razredu veličina pora se nalazi. Na Slici 4-13 (lijevo) vidi se primjer trimodalne raspodjele veličine pora, a na Slici 4-14 (lijevo) je slučaj bimodalne raspodjele veličine pora. Na Slici 4-13 i 4-14 (desno) prikazani su histogrami koji se odnose na najmanje pore i utvrđuju postotak koji zauzimaju u ukupnom pornom volumenu.



Slika 4-13. Raspodjela veličine pora jezgre 2734



Slika 4-14. Raspodjela veličine pora jezgre 2740

5. INTERPRETACIJA PODATAKA

Mjerenje kapilarnog tlaka pomoću centrifuge donosi puno prednosti, međutim, postoji velika baza podataka u kojoj se nalaze starije analize, rađene pomoću žive (Purcellova metoda) ili vode (metoda polupropusne membrane). Primjena ovih krivulja je do posljednjih 10-15 godina bila određivanje rezidualnih zasićenja te eventualno homogenizacija podataka prema dostupnim mjerenjima iz karotaže, kako bi se u analitičkim i simulacijskim modelima mogli koristiti podaci kapilarnog tlaka za uračunavanje promjene raspodjele zasićenja uslijed promjene kapilarnih odnosa.

Razvojem tehnologije računalne tomografije (engl. *computed tomography*, CT - postupak koji koristi rendgenske zrake kako bi se stvorila trodimenzionalna slika unutarnje strukture uzorka) povećale su se mogućnosti identifikacije i analize različitih petrofizikalnih, tj. geoloških karakteristika. CT skeniranje može pomoći u određivanju gustoće, poroznosti, propusnosti i drugih (kompleksnijih) fizikalnih svojstava stijena. Ove informacije mogu biti korisne za procjenu kvalitete stijene, identifikaciju potencijalnih izvora minerala ili nafte te planiranje podzemnih skladišta plina, energije, CO₂, itd.

Međutim, CT ima svojih ograničenja, prvenstveno u rezoluciji. Stoga se, primjenom Laplaceovog izraza (jednadžba 2-1) može donekle usporediti eksperimentalne rezultate sa CT snimkom. U principu, uspoređuju se oblici krivulje (histograma) raspodjele veličina pora. Iz laboratorija INA d.d. dostupna je CT snimka sličnog uzorka uzorku 3069, te također analiza rađena metodom polupropusne membrane (Slika 5-1).



Slika 5-1. Mjerenja kapilarnog tlaka metodom centrifuge i metodom polupropusne membrane

U diskusiji ovih rezultata može se protumačiti nekoliko detalja:

- interpolacija između mjerenih točaka nije zahvalna (ovo se odnosi na točke iz mjerenja metodom polupropusne membrane),
- kod metode polupropusne membrane izraženiji je tzv. ulazni tlak ili prag ulaznog tlaka (engl. *threshold pressure*),
- rezultati se mogu bolje usporediti u semi-log dijagramu tada se može sigurnije ustanoviti kako su mjerenja kapilarnih tlakova u prijelaznoj zoni otprilike slična,
- metodom polupropusne membrane nije moguće doseći takva rezidualna zasićenja (tj. ireducibilno zasićenje vodom) kao kod metode centrifuge.



Raspodjela veličine pora dosta se razlikuje u ova dva mjerenja (Slika 5-2).

Slika 5-2. Raspodjela veličine pora mjereno centrifugom i mjereno metodom polupropusne membrane

Općenito, zbog svojstva raspodjele pora, usporedba je teška. Moglo bi se reći da postoje dvije raspodjele pora, jedna do rezolucije 1 do 2 μ m i druga raspodjela ispod te razine. Ono što se može zaključiti nakon analize veličine pora jest da je maksimalni tlak mjerenja bitna limitacija metode polupropusne membrane. Konačno (minimalno) zasićenje u tom mjerenju je 37,02% što odgovara radijusu Laplaceovom metodom od 0,105 μ m.

Pomoću modula OpenPNM, analizirana je CT snimka uzorka broj 3059 iz istog ležišta, pošto je to najsličniji uzorak po svojstvima na razini dimenzija jezgre (core-scale, mjerenja propusnosti i poroznosti na jezgrama duljine 5 do 15 cm). Raspodjela pora je prilično različita (Slika 5-3). Radi se naravno o manjem uzorku, koji ima 1000×1000×1000 voxela (tj. stranice uzorka 1,5 mm), ali razvidan je uži raspon detektiranih veličina.





Ovdje su uzeti svi detektirani grlići (engl. *pore throats*) i tijela pora (engl. *pore bodies*). Dakle, prvotno je bilo moguće zasebno razmatrati tijela pora (Slika 5-4) koja zauzimaju glavninu volumena u uzorku i grliće pora (Slika 5-5) koji kapilarnim silama sprječavaju penetraciju fluida u eksperimentalnim laboratorijskim analizama u tijela pora.

CT analiza



Slika 5-4. Raspodjela radiusa tijela pora iz CT snimke uzorka 3059



Slika 5-5. Raspodjela radiusa grlića pora iz CT snimke uzorka 3059

Kako je rezultate raspodjele često teško kvantitativno usporediti, što je ovdje također slučaj, već kvalitativnim sagledavanjem uočava se kako su krivulje iz CT analize koje uključuju radiuse samih pora blago desno nagnute. S druge strane, grlići pora pokazuju lijevo nagnutu raspodjelu. Istu takvu lijevo (negativno) nagnutu raspodjelu pokazuju i krivulje analize mjerenja metodom polupropusne membrane i metodom centrifuge.

6. ZAKLJUČAK

Modeliranje na pornoj razini (tj. na temelju mikroskopskih i CT snimaka) limitirano je svojom rezolucijom, a raspoloživi podaci su precizni do 1,5 mikrometra. Uočeno je kako kod homogenizacije (engl. *upscalling*) nailaze mnogi izazovi:

- Uzorak kojeg je moguće mjeriti CT-om nekoliko tisuća puta je manji od onog koji se mjeri u laboratoriju – radi se o odnosu mikrometarskih (CT) – centimetarskih (laboratorijska mjerenja) – metarskih (pribušotinska mjerenja) i – kilometarskih (ležište, geološka formacija) dimenzija u kojima se pokušava uskladiti raspodjelu svojstava.
- Filtriranje i obrada CT uzorka (urađeno od strane stručnjaka inženjera u INA d.d. laboratoriju) može dati bolje ili lošije poklapanje. U ovom radu, namjerno je analiza rađena odvojeno kako ne bi bilo "podsvjesnog" navođenja na unaprijed zamišljeni rezultat (engl. *bias*) i stoga poklapanja nisu savršena.
- Mjerenja pomoću polupropusne membrane ne mogu zahvatiti najmanje pore iz ležišnih stijena. Da se radi o nekim drugim materijalima, s većim porama, vjerojatno bi bila prikladnija.
- Kod mjerenja centrifugom potrebna je obrada, tj. korekcija, pošto su veće sile na ulazu u jezgru nego na izlazu te stoga dolazi do dinamike (protjecanja). S druge strane, ovo mjerenje je puno brže i efikasnije u praktičnoj primjeni.
- Mjerenja centrifugom postižu veće tlakove te može se analizirati raspodjela najmanjih pora, ispod 0,1 μm.
- Analize eksperimentalnih mjerenja odražavaju i prostornu raspodjelu pora moguće je da uzorak do nekog tlaka (veći tlak ~ manji radiusi pora u analizi) zadržava kroz uske grliće prolaz do velikih pora te se tako dobiva krivi dojam o ukupnom udjelu malih pora.

Veći broj uzoraka uz iterativno usklađivanje modela i interpretacije laboratorijskih rezultata doprinijeli bi integriranom sustavu za modeliranje reprezentativnog digitalnog uzorka stijene. U budućem istraživanju, bilo bi idealno napraviti redom analizu metodom polupropusne membrane, zatim metodu centrifuge, i nakon toga iz istog uzorka izraditi nekoliko malih uzoraka za digitalnu analizu stijene (CT scan). Pošto je Purcellova Hg penetrometrija destruktivna metoda, mali uzorci za CT scan i/ili ostatci velike jezgre nakon izrade uzoraka za CT scan mogu poslužiti i za tu analizu. U ovom radu korišteno je ukupno

5 uzoraka stijene (jezgrica, dimenzije uzorka za laboratorij) – kada bi se sve te uzorke analiziralo predloženim slijedom, vrlo je vjerojatno da bi bilo moguće verificirati, korigirati te stohastički modelirati dijelove koji nisu zahvaćeni zbog rezolucije.

7. LITERATURA

1. ANTON PAAR, n.d. *Pore size measurement*. URL: <u>https://wiki.anton-paar.com/en/pore-size-measurement/</u> (20.9.2023)

2. AYAPPA, K.G., ABRAHAM, E.A., DAVIS, H.T., DAVIS, E.A., GORDON, J., 1994. *Influence of sample width on deducing capillary pressure curves with the centrifuge*. Chemical Engineering Science, br. 49, čl. 3, str. 327-333.

3. BAUGET, F., GAUTIER, S., LENORMAND, R., SAMOUILLET, A., 2012. *Gas-liquid* relative permeabilities from one-step and multi-step centrifuge experiments. Cydarex, IFPEN, SCA 2012-13.

4. BILJANOVIĆ, T. 2017. *Homogenizacija podataka specijalnih analiza jezgara usklađivanjem s empirijskim korelacijama*. Diplomski rad. Zagreb: Rudarsko – geološko – naftni fakultet.

5. BRIGGS, L.J., MCLANE, J.W., 1907. *The moisture equivalents of soils*. U.S. Government Printing Office.

6. CHEN, T., 1997. An integral method to calculate water saturation in a centrifuge experiment to determine capillary pressure. Transport in Porous Media 29, str. 47-59.

CHEN, Z.A., RUTH, D.W., 1993. *Centrifuge capillary pressure data reduction with a modified Forbes method*. Journal of Petroleum Science and Engineering, br. 9, str. 303-312.
 CYDAREX, 2018. *CYDAR-SCAL user manual*, Mesquer.

9. CYDAREX, n.d. Cydarex video tutorials. URL: <u>http://www.cydarex.fr/?page_id=569</u> (13.7.2023.)

10. FORBES, P., 1991. Simple and accurate methods for converting centrifuge data into drainage and imbibition capillary pressure curves. SCA, br. 9107.

11. HASSLER, G.L., BRUNNER, E., 1944. *Measurement of capillary pressures in small core samples*. Los Angeles: A.I.M.E.

12. JING, X.D., VAN WUNNIK, J.N.M., 1998. A capillary pressure function for interpretation of core-scale displacement experiments. SCA, br. 9807.

13. MA, S., 1992. Correlation of capillary pressure relationships and prediction of petrophysical properties of porous media. Socorro: New Mexico Institute of Mining and Technology.

14. MCCULLOUGH, J.J., ALBAUGH, F.W., JONES, P.H., 1944. *Determination of the interstitial-water content of oil and gas sand by laboratory tests of core samples*. Drilling and Production Practice. American Petroleum Institute. New York, NY, SAD.

15. MCPHEE, C., REED, J., ZUBIZARRETA, I., 2015. *Core analysis, a best practice guide*. Elsevier.

16. MELROSE, J.C., 1988. *Interpretation of centrifuge capillary pressure data*. The Log Analyst, January-February, 1988, str. 40-47.

17. PINTER, A., BODI, T., 2012. *Determination of capillary pressure and relative permeability curves with a novel ultra rock centrifuge*. Geosciences and Engineering, br. 1, čl. 1, str. 75-86.

18. OTT, H. 2016. *Centrifuge capillary pressure experiment and theory*. Department Petroleum Engineering, Montan Universitat.

19. TIAB, D., DONALDSON, E.C., 2012. *Petrophysics: theory and practice of measuring reservoir rock and fluid transport properties.* Elsevier.

20. VULIN, D., 2016. Višefazni protok u poroznoj stijeni. Interna skripta RGN Fakulteta, Zagreb.

21. ZHANG, L.M., CHEN, Q. 2005. *Predicting bimodal soil water characteristic curves*. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, br. 131(5), str. 666-670.

IZJAVA

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno na temelju znanja stečenih na Rudarsko-geološko-naftnom fakultetu služeći se navedenom literaturom.





Sveučilište u Zagrebu RUDARSKO-GEOLOŠKO-NAFTNI FAKULTET HR-10002 Zagreb Pierotiljava 6. p.p. 390

Predsjednik povjerenstva za

završne i diplomske ispite:

KLASA:602-01/23-01/139URBROJ:251-70-12-23-2U Zagrebu,21.09.2023.

Branimir Bujanić, student

Mentor:

RJEŠENJE O ODOBRENJU TEME

Na temelju vašeg zahtjeva primljenog pod KLASOM 602-01/23-01/139, URBROJ: 251-70-12-23-1 od 03.07.2023. priopćujemo vam temu diplomskog rada koja glasi:

POVEZANOST MORFOLOGIJE PORNOG SUSTAVA S LABORATORIJSKIM SPECIJALNIM ANALIZAMA

Za mentora ovog diplomskog rada imenuje se u smislu Pravilnika o izradi i obrani diplomskog rada prof. dr. sc. Domagoj Vulin nastavnik Rudarsko-geološko-naftnog-fakulteta Sveučilišta u Zagrebu.

0 (potpis) (potpis) prof. dr. sc. Domagoj Vulin lzv.prof.dr.sc. Luka Perković (titula, ime i prezime) (titula, ime i prezime) Prodekan za nastavu i studente:, (potpis) Izv.prof.dr.sc. Borivoje Pašić (titula, ime i prezime) Oznaka: OB 8.5.-1 SRF-1-13/0 Stranica: 1/1 Čuvanje (godina) Trajno