



**ЛАБОРАТОРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ УГОЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ РАЗЛИЧНЫМИ МЕТОДАМИ**

**О. М. Усольцева, С. В. Сердюков, П. А. Цой,
Л. А. Рыбалкин, В. Н. Семенов**

*Институт горного дела им. Н. А. Чинакала СО РАН,
E-mail: usoltseva57@mail.ru, Красный проспект 54, г. Новосибирск 630091, Россия*

Проведена серия экспериментов по определению пористости на угольных образцах тремя методами: открытой пористости — методом насыщения жидкостью, поверхностной — по поверхности аншлифа в ультрафиолетовом свете на комплексе Минерал-7 (с помощью люминофорного заполнения пор) и общей пористости — томографическим методом на ЯМР-релаксометре “МСТ-05”. Анализ показал, что традиционный метод дает сильно заниженные результаты. Установлено, что для корректировки характеристик открытой и общей пористости необходимо использовать их комплексирование, делая акцент на одном из указанных методов в зависимости от предстоящих задач.

Лабораторный эксперимент, уголь, пористость открытая, общая, поверхностная

**LABORATORY STUDY OF COAL CORES.
POROSITY DETERMINATION BY DIFFERENT METHODS**

**O. M. Usoltseva, S. V. Serdyukov, P. A. Tsoi,
L. A. Rybalkin, and V. N. Semenov**

*Chinakal Institute of Mining, Siberian Branch, Russian Academy of Sciences
E-mail: usoltseva57@mail.ru, Krasny pr. 54, Novosibirsk 630091, Russia*

This study presents the series of experiments to determine porosity of coal samples using three methods: open porosity based on the fluid saturation method, surface porosity from the surface of polished section under ultraviolet light using Mineral-7 complex; and total porosity by tomographic method with the MST-05 NMR relaxometer. The porosity analysis revealed that traditional method yields essentially lower results. To correctly determine the porosity (open and total) characteristics it is necessary to use the integration of the above methods, with an emphasis on one of them, depending on further applications of these characteristics.

Laboratory experiment, coal, open porosity, total porosity, surface porosity

Пористость — одна из важнейших структурных характеристик горных пород, строительных материалов, дорожных покрытий и т. д. Проблема разработки методов измерения пористости горных пород и других материалов является достаточно актуальной. Обзор отечественной и зарубежной литературы показывает, что имеется большое количество работ, посвященных методам исследования пористости, дополняющих традиционный метод жидкостенасыщения по ГОСТ 26450.1-85.

В [1] рассматриваются вопросы систематизации методов исследования пористых структур, их достоинства и недостатки. Пористая структура характеризуется комплексом параметров, основными из которых принимаются функция и плотность распределения пор по размерам и объема пор по радиусам. Изучение открытой макропористости возможно методами световой микроскопии, капиллярными, термoporометрии, жидкостной и газовой волюмометрии, заполнения пор жидкостью, гидростатического взаимодействия жидкостей, эталонной порометрии. Показано, что целесообразно сочетать методы световой микроскопии, компьютерного анализа изображений и порометрии.

В [2] приведена научная классификация методов контроля пористой структуры материалов. В ее основу положены такие обобщающие признаки как характер и природа воздействия на контролируемый материал, разрешающая способность, контролируемый параметр пористой структуры. Критический анализ методов контроля пористости на базе созданной классификации позволил выявить наиболее перспективные методы, основанные на использовании возмущающего газового воздействия.

В [3] трещинная пористость находится по данным о скоростях распространения продольных волн. Метод подходит для исследования образцов близкого, мало изменяющегося минералогического состава и может дать дополнительную количественную информацию о трещинной и межзерновой пористости.

В [4] предложен метод определения пористости пластичного образца без специальных приборов, основанный на измерении массы и объема целого образца и такой же массы материала в измельченном виде. Эффективность этой разработки расширяет область применения стандартов [5, 6] на пластичные материалы. При этом обеспечивается повышение точности, оперативности и производительности при определении пористости изделий.

Пористость характеризует величину объема пор в единице объема породы. Существует несколько характеристик пористости. Общая пористость — объем сообщающихся и изолированных пор — включает поры различных радиусов, формы и степени сообщаемости. Открытая пористость — объем сообщающихся между собой пор, которые заполняются жидким или газообразным флюидом при насыщении породы в вакууме. Она меньше общей пористости на объем изолированных пор. Эффективная пористость характеризует часть объема, которая занята подвижным флюидом (нефтью, газом) при полном насыщении порового пространства этим флюидом. Она меньше открытой пористости на объем связанных (остаточных) флюидов. Пористость характеризует физические свойства горных пород: прочность, скорость распространения упругих волн, сжимаемость, электрические, теплофизические и другие параметры. В нефтяной геологии методы промысловой геофизики основаны на использовании зависимостей между этими параметрами.

Традиционный метод измерения открытой пористости горных пород жидкостенасыщением изложен в [7]. Сущность метода заключается в определении объема пустотного пространства образца (по разности масс сухого и насыщенного жидкостью образца), его внешнего объема (по разности масс насыщенного жидкостью образца в воздухе и в насыщающей жидкости) и вычислении коэффициента пористости путем деления первого объема на второй. Для измерения открытой пористости образцов горных пород разработано и изготовлено специальное оборудование, фотография и принципиальная схема приведена на рис. 1.

Коэффициент открытой пористости $K_{\text{п}}$ рассчитывается по формуле:

$$K_{\text{п}} = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2},$$

где M_1 — масса сухого образца горной породы; M_2 — масса насыщенного жидкостью образца горной породы в насыщающей жидкости; M_3 — масса насыщенного жидкостью образца горной породы в воздухе.

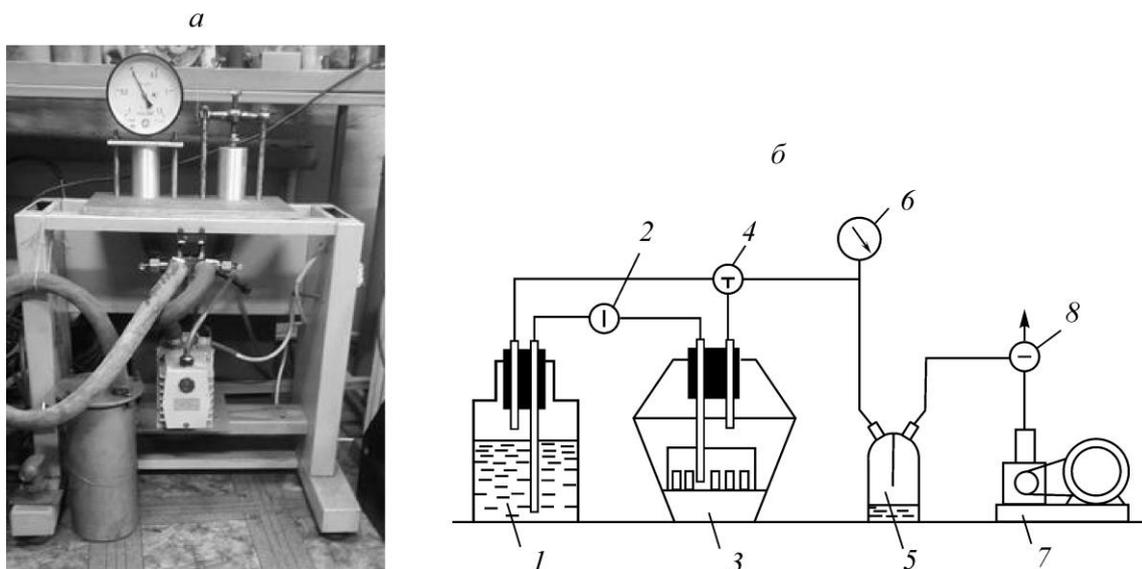


Рис. 1. Фотография оборудования для измерения открытой пористости жидкостенасыщением (а) и принципиальная схема оборудования для измерения открытой пористости жидкостенасыщением (б): 1 — сосуд для насыщающей жидкости; 2 — запорный кран; 3 — емкость для насыщения образцов; 4 — трехходовой кран; 5 — ловушка для предотвращения попадания жидкости в вакуумный насос; 6 — вакуумметр; 7 — вакуумный насос; 8 — запорный кран вакуум-насоса и заполнения системы атмосферным воздухом

При определении коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением по результатам взвешивания образца вычисляют объемную плотность ρ_o и кажущуюся минералогическую плотность ρ_k по формулам:

$$\rho_o = \frac{M_1 \rho_{ж}}{M_3 - M_2}, \quad \rho_k = \frac{M_1 \rho_{ж}}{M_1 - M_2},$$

где $\rho_{ж}$ — плотность рабочей жидкости.

Проведена серия экспериментов по измерению пористости на образцах угля (рис. 2) тремя методами: 1) метод открытой пористости жидкостенасыщением (керосином); 2) метод оценки распределения показателей пористости и трещиноватости по поверхности аншлифа угля и горной породы в ультрафиолетовом свете; 3) метод измерения пористости на ЯМР-релаксметре.



Рис. 2. Фотографии проб образцов угля

Основу второго метода составляют физические эффекты: капиллярное насыщение, сорбция и люминесценция люминофора в ультрафиолетовом свете. В совокупности эти эффекты позволяют использовать микроскопический анализ для выполнения количественных планиметрических исследований поверхностей образцов углей в виде аншлифов [8].

Для ультрафиолетового облучения аншлифа под объективом микроскопа разработана специальная конструкция, представляющая собой платформу на стойке с прикрепленными к ней светодиодами ультрафиолетового света. В качестве люминофора применяется порошок ЕроDue, растворенный в спирте (отношение 1 : 40). Анализ поверхности аншлифа угля выполняется на инструментально-программном комплексе “Минерал С7”, включающем оптический микроскоп OLYMPUS BX51 с видеокамерой SIMAGIS 2P-3С.

Микроизображения фиксируются фотокамерой и выводятся на экран монитора для дальнейшего анализа и обработки. Определяются компоненты пористости (поры, трещины, каверны), и специальными программами каждый компонент закрашивается своим цветом. Выделенные оператором графические образы обрабатываются для их количественной оценки. Достоинство метода заключается в возможности количественной оценки распределения компонентов пористости (закрытых пор, трещин, каверн) по их геометрическим размерам.

Метод ЯМР основан на реакции магнитных моментов ядер водорода на воздействие внешнего магнитного поля, в результате чего возникает макроскопическая намагниченность. Магнитная система релаксометра “МСТ-05” выполнена из магнита с малым температурным коэффициентом индукции (Sm₂Co₁₇), рабочая частота $f = 2 - 2.3$ МГц, индукция магнитного поля $B_0 = 500 - 530$ Гс (0.05 Тл), неоднородность магнитного поля не превышает 10^{-3} , постоянный градиент — 0.3%, минимальное расстояние между спиновыми эхо TE = 0.18 мс, время парализации (“мертвое” время) $\tau = 90$ мкс, максимальное время поляризации 10 с, диапазон измеряемых времен поперечной релаксации T₂ = 600 мкс – 10 с, радиочастотное поле по рабочему объему однородно. Измерительный холдер позволяет проводить измерения цилиндрического керна (максимальный размер 45×50 мм), керна произвольной формы, бурового шлама, флюидов. Измерения осуществляются в два этапа. На первом этапе определяются ЯМР-характеристики сухих образцов, на втором — полностью водонасыщенных. Результатом ЯМР-измерения является релаксационная кривая, начальная амплитуда которой соответствует общей ЯМР-пористости. Внешний вид ЯМР-релаксометра “МСТ-05” показан на рис. 3.



Рис. 3. Внешний вид ЯМР-релаксометра “МСТ-05”

В таблице приведены характеристики пористости, полученные тремя указанными методами. Из сравнения видно, что метод определения пористости жидкостенасыщением дает сильно заниженные результаты.

Характеристики пористости образцов угля, %

Номер образца	Пористость		
	открытая (методом жидкостенасыщения)	поверхностная (по аншлифу)	общая (методом томографии)
1	6.3	8.9	12.7
2	5.4	7.4	12.0
3	8.2	12.1	20.4

ВЫВОДЫ

На основе результатов определения пористости образцов угля тремя методами: открытой пористости методом насыщения жидкостью, поверхностной пористости по аншлифам на комплексе Митнерал-7 (с помощью люминофорного заполнения пор) и общей пористости томографическим методом на ЯМР-релаксометре “МСТ-05” можно заключить, что традиционный метод дает очень заниженные результаты. Для корректного определения характеристик пористости (открытой, общей) необходимо использовать комплексирование указанных методов, делая акцент на одном из них в зависимости от дальнейших задач.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. **Fandeev V. P. and Samokhina K. S.** Methods for the study of porous structures. Internet journal “Science”, 2015, vol. 7, no. 4 (in Russian) [**Фандеев В. П., Самохина К. С.** Методы исследования пористых структур // Интернет-журнал “Науковедение”. — 2015. — Т. 7. — № 4], <http://naukovedenie.ru>.
2. **Medvedeva A. V., Mordasov D. M., and Mordasov M. M.** Classification of Methods of Control of Porous Materials, Bulletin TSTU, vol. 18, no. 3, pp. 749–753 (in Russian) [**Медведева А. В., Мордасов Д. М., Мордасов М. М.** Классификация методов контроля пористости материалов // Вестник ТГТУ. — 2012. — Т. 18. — № 3. — С. 749–753.]
3. **Zhukov V. S. and Motorigin V. V.** Examing of few methods for estimation of cracking porosity, Problems of resource provision of gas producing regions of Russia, 2017, no. 3 (31), pp. 207–215 (in Russian) [**Жуков В. С., Моторыгин В. В.** Анализ некоторых способов оценки трещинной пористости // Проблемы ресурсного обеспечения газодобывающих районов России. — 2017. — № 3 (31). — С. 207–215.]
4. **Kislov A. S.** Porosity and its definition, Measurement Techniques, 2013, no. 12, pp. 44–45 (in Russian) [**Кислов А. С.** Пористость и ее определение // Измерительная техника. — 2013. — № 12. — С. 44–45.]
5. **GOST 26450.1-85.** Rocks. Methods for determining of collector characteristics. Method for determination of open porosity coefficient by fluid saturation (in Russian) [**ГОСТ 26450.1-85.** Породы горные. Методы определения коллекторских свойств. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением.]
6. **GOST 8269.0-97.** Crushed stone and gravel from dense rocks and industrial waste for construction works. Methods of physical and mechanical tests (in Russian) [**ГОСТ 8269.0-97.** Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы физико-механических испытаний.]
7. **GOST 30629-99.** Facing materials and products from rocks. Test methods (in Russian) [**ГОСТ 30629-99.** Материалы и изделия облицовочные из горных пород. Методы испытаний.]
8. **Tanaino A. S., Sivolap B. B., Maksimovsky E. A., and Persidskaya O. A.** Method and means to estimate porosity distribution on the surface of polished section of coal, Journal of Mining Science, 1997, vol. 33, no. 2, pp. 120–128 (in Russian) [**Танайно А. С., Сиволап Б. Б., Максимовский Е. А., Персидская О. А.** Метод и устройство для оценки распределения показателей пористости по поверхности аншлифа угля // ФТПРПИ. — 2016. — № 6. — С. 187–195.]