DOI 10.14750/ME.2022.022



MISKOLCI EGYETEM MIKOVINY SÁMUEL FÖLDTUDOMÁNYI DOKTORI ISKOLA Doktori Iskola vezetője: Prof. Dr. Szűcs Péter egyetemi tanár

MESTERSÉGESEN KONSZOLIDÁLT KŐZETMAGOK ELŐLLÍTÁSA ÉS ALKALMAZHATÓSÁGÁNAK TANULMÁNYOZÁSA FÚRÁSI FOLYADÉKOK KISZŰRŐDÉS-VIZSGÁLATÁHOZ

Doktori (PhD) értekezés

Készítette: VARGA GYULA GÁBOR okleveles olaj- és gázmérnök

Tudományos vezető: DR. FANCSIK TAMÁS egyetemi docens, PhD földtudományok

Miskolc 2022.

DOI 10.14750/ME.2022.022

Tartalomjegyzék					
TartalomjegyzékI					
ÁbrajegyzékIII					
Táblázatjegyzék V					
KöszönetnyilvánításVI					
ÖsszefoglalóVII					
SummaryX					
1. Bevezetés					
2. A kutatás célkitűzése, és a kutatási téma lehatárolása					
3. A folyadék-kiszűrődés szerepe a mélyfúrásban 4					
4. A kiszűrődés-vizsgálat					
4.1 Kis hőmérsékletű és kisnyomású tesztek					
4.2 Nagy hőmérsékletű és nagynyomású tesztek10					
5. Mesterségesen konszolidált kőzetmagok 15					
6. Mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállításának módszertana					
6.1 Mesterségesen konszolidált kőzetmagok utókezelése					
7. A petrofizikai paraméterek meghatározására szolgáló módszerek					
7.1 Héliumos porozitás mérés					
7.2 Porozitás mérés higanybesajtolásos módszerrel					
7.3 A kőzetminták permeabilitásának meghatározása					
7.3.1 A gázpermeabilitás mérés leírása					
7.3.2 Vizes (effektív) áteresztőképesség mérés					
7.3.3 Relatív permeabilititás görbék meghatározása kőzetcentrifugás módszerrel 36					
8. Kutatási eredmények bemutatása					
8.1 Nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok és azok petrofizikai paraméterei					
 8.1.1 Szen-dioxid dus kornyezet natasa a nem rezervoar alapanyagbol keszült kőzetmagok petrofizikai paramétereire					

DOI 10.14750/ME.2022.022

8.2 Rezervoár kőzetalapanyagból készült kőzetmagok és azok petrofizikai paraméterei
8.2.1 Szén-dioxid dús környezet hatása a rezervoár alapanyagból készített
kőzetmagok petrofizikai paramétereire51
8.3 Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok
petrofizikai paramétereinek befolyásolhatósága adalékanyagokkal55
8.3.1 Nátrium-kloriddal adalékolt kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékei 57
8.3.2 Kálium-kloriddal adalékolt kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékei. 58
8.3.3 Kalcium-kloriddal adalékolt kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékei 59
8.4 Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok
homogenitás vizsgálata
8.5 Mesterségesen konszolidált kőzetmagok látszólagos áteresztőképessége az
utókezelés során
8.6 Mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállításából és vizsgálataiból levonható
következtetések
9. Kiszűrődés-vizsgálat kőzetmagok felhasználásával
9.1 Az OFITE 17-50-1 mérőműszer átalakítása a kőzetmagokon történő folyadék
veszteség vizsgálatokhoz
9.2 Kiszűrődés-vizsgálat bentonitos iszappal, réteghőmérsékleten
9.3 Kiszűrődés-vizsgálat nagy áteresztőképességű természetes kőzetmagokon
tárolóvédő folyadékkal81
9.4 Kiszűrődés-vizsgálat kis áteresztőképességű természetes kőzetmagokon
tárolóvédő folyadékkal
9.5 Kiszűrődés-vizsgálat mesterségesen konszolidált kőzetmagokon
10. A kiszűrődés-vizsgálat mérési erdeményeinek értelmezése
11. Tézisek
12. Thesis
Az értekezés témakörében készült publikációk jegyzéke109
Felhasznált irodalom
Mellékletek jegyzéke

Ábrajegyzék

- 1. ábra: Differenciális megszorulás
- 2. ábra: Iszaplepény és a kiszűrődési jelenség
- 3. ábra: Kiszűrődés-vizsgáló mérőeszköz (Fann; Multi unit Filter Press)
- 4. ábra: Permeability Plugging Test; (Model: 17-50-1)
- 5. ábra: Mérési sorrend a természetes és a mesterségesen konszolidált kőzettestek maradó permeabilitás meghatározásához
- 6. ábra: Mesterségesen konszolidált kőzetmagok lehetséges előállítási módjai a szakirodalom anyagok alapján
- 7. ábra: Fúrómagból visszamaradt héjszerkezet
- 8. ábra: Mesterségesen konszolidált homokkő mintatestek előállításának sematikus folyamat ábrája.
- 9. ábra: Quantachrome gyártmányú, Ultrapyc 1200e típusú multipiknométer
- 10. ábra: Higanyos poroziméter kis- és nagynyomású egységei
- 11. ábra: Dilatométer cella, fém armatúrával, fegyverzettel
- 12. ábra: A higanybesajtolásos módszerrel kapott pórusméret eloszlás
- 13. ábra: Hassler típusú kőzetmag befogó cella
- 14. ábra: Hassler cella magbefogójának keresztmetszeti ábrája
- 15. ábra: Rotaméter, és sematikus működési elve
- 16. ábra: PPP-250 hordozható permeaméter
- 17. ábra: Kőzetcentrifuga és sematikus működési ábrája
- 18. ábra: Kőzetcentrifuga mintatartója
- 19. ábra: A 63-110 μm-es szemcsetartományból készült mintatestek permeabilitás értékei az alkalmazott nyomás függvényében (balra) és poroperm ábrája (jobbra)
- 20. ábra: A 110-150 μm-es szemcsetartományból készült mintatestek permeabilitás értékei az alkalmazott nyomás függvényében (balra) és poroperm ábrája (jobbra)
- 21. ábra: A 150-200 μm-es szemcsetartományból készült mintatestek permeabilitás értékei az alkalmazott nyomás függvényében (balra) és poroperm ábrája (jobbra)
- 22. ábra: Kapilláris nyomás értékek a két hét CO₂-al utókezelt kőzetmagon (Minta 3)
- ábra: Kapilláris nyomás értékek páradús (RH > 98%) környezetben utókezelt kőzetmagon (Minta 19)
- 24. ábra: CO2-al utókezelt minta (Minta 3) relatív permeabilitás görbéi
- 25. ábra: Páradús (RH > 98%) környezetben utókezelt minta (Minta 19) relatív permeabilitás görbéi
- 26. ábra: 120 és 180 bar nyomással előállított mesterségesen konszolidált kőzetmagok poroperm ábrája
- 27. ábra: Egy természetes kőzetmag (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag (jobbra; T-275) pórusméret eloszlása
- 28. ábra: Egy természetes kőzetmag (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag (jobbra; T-279) pórusméret eloszlása
- 29. ábra: Egy természetes kőzetmag (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag (jobbra; T-277) pórusméret eloszlása
- 30. ábra: Egy természetes (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag pórusméret eloszlása

- ábra: NaCl adalékanyaggal előállított mesterséges kőzetminta pórusméret eloszlása 1 V/V% (balra) és 3 V/V % (jobbra) esetén, illetve legfontosabb paraméterei
- 32. ábra: KCl adalékanyaggal előállított mesterséges kőzetminta pórusméret eloszlása 1 V/V% (balra) és 3 V/V % (jobbra) esetén, illetve legfontosabb paraméterei
- ábra: CaCl₂ adalékanyaggal előállított mesterséges kőzetminta pórusméret eloszlása 1 V/V% (balra) és 3 V/V% (jobbra) esetén, illetve legfontosabb paraméterei
- 34. ábra: (A) Minta 25 jelű kőzetmag szeleteinek helye a mintatestben; (B) A hasáb alakú mintatest helye és mérete az egyes korongokban
- 35. ábra: A T-367 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)
- 36. ábra: A T-373 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)
- 37. ábra: A T-379 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)
- 38. ábra: A T-381 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)
- 39. ábra: A T-385 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)
- 40. ábra: Mérési elrendezés az egyedi gyártású nagynyomású cellábanű
- 41. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek változása a szűrőpapíron és a vizsgált természetes magmintákon baritos-bentonitos folyadék használatakor.
- 42. ábra: Fokozatosan tisztuló szüredék
- 43. ábra: A Minta 26 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 44. ábra: A Minta 27 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 45. ábra: A Minta 28 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után.
- 46. ábra: A Minta 29 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 47. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és a vizsgált magmintákon tárolófolyadék használatakor
- 48. ábra: Kumulált szüredék tárolóvédő folyadék vizsgálatakor
- 49. ábra: A Minta 30 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 50. ábra: A Minta 31 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 51. ábra: A Minta 32 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 52. ábra: A Minta 33 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 53. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és kis áteresztőképességű magmintákon tárolóvédő folyadék használatakor
- 54. ábra: A kis áteresztőképességű kőzetmagon keresztül nyert szüredék
- 55. ábra: A Minta 34 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 56. ábra: A Minta 35 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 57. ábra: A Minta 36 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 58. ábra: A Minta 37 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 59. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és a vizsgált magmintákon KCl/Shalehib folyadék használatakor
- 60. ábra: Az API ajánlás szerinti és a saját fejlesztésű eszközön képződött iszaplepény
- 61. ábra: A második effektív permeabilitás méréskor kiáramlott folyadék
- 62. ábra: Az Art-3 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után
- 63. ábra: Az Art-4 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

Táblázatjegyzék

- 1. táblázat: Kiszűrődés-vizsgálatokhoz használt modellanyagok tulajdonságai
- 2. táblázat: A szintetikus rétegvíz összetétele
- 3. táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei a szemceméret hatásainak vizsgálatához
- 4. táblázat: A mintatestek utókezelése különböző környezeti körülmények között
- 5. táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei a CO₂ gáz hatásainak vizsgálatához
- 6. táblázat: A mintatestek utókezelés szerinti összetétele és előállítási körülményei a CO₂ gáz hatásainak vizsgálatához
- 7. táblázat: A rezervoár kőzetalapanyag használatával készült mesterségesen konszolidált mintatestek összetétele a szemcseméret eloszlás szerint
- 8. táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei a CO₂ gáz hatásainak vizsgálatához
- 9. táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei a különböző adalékanyagok hatásainak vizsgálatához
- 10. táblázat: A Minta 25 jelű kőzetmag korongjaiból nyert hasábok porozitás és mikromakro pórus arányok
- 11. táblázat: A nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok poroperm értékei
- 12. táblázat: A rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok petrofizikai paraméterei különböző utókezelés szerint
- 13. táblázat: Adalékanyag hozzáadásával készült rezervoár alapanyagú kőzettestek kőzetfizikai paraméterei
- 14. táblázat: A mesterségesen konszolidált kőzetmagok látszólagos permeabilitás értékei, és azok eltérése az abszolút áteresztőképességtől
- 15. táblázat: A fúrási folyadék elkészítéséhez használt anyagok és azok mennyiségei
- 16. táblázat: A fúrási folyadék API 13B-1 szerinti reológiai tulajdonságai
- 17. táblázat: A nagy áteresztőképességű mintatestek kőzetfizikai tulajdonságai
- 18. táblázat: A tárolóvédő folyadék reológiai tulajdonságai
- 19. táblázat: A nagy permeabilitású mintatestek kőzetfizikai tulajdonságai
- 20. táblázat: A kis áteresztőképességű mintatestek kőzetfizikai tulajdonságai
- 21. táblázat: A rezervoár alapanyagú mintatestek összetétele és előállítási körülményei
- 22. táblázat: A kiválasztott mintatestek petrofizikai tulajdonságai
- 23. táblázat: KCl/Shalehib típusú fúrási folyadék reológiai tulajdonságai
- 24. táblázat: Permeabilitás változás mértéke a vizsgálat során

Köszönetnyilvánítás

Elsőként szeretném megköszönni témavezetőmnek, Dr. Fancsik Tamásnak a támogatását, és hogy útmutatásaival segítette a kutatómunkám előrehaladását és a disszertációm elkészülését. Szeretném megköszönni a Miskolci Egyetem Alkalmazott Földtudományi Kutatóintézet valamennyi kutatójának és dolgozójának a segítségüket. Kiemelném Dr. Fiser-Nagy Ágnes önzetlen segítségét és kritikai észrevételeit, Horváth Gábor nagyszerű műszaki megoldásait, és Vacsi Zsuzsa lelkiismeretes munkáját. Továbbá hálával tartozom a kutatóintézet vezetésének - Dr. Jobbik Anitának, és Dr. Baracza Mátyás Krisztiánnak - hogy nyugodt, és kutatásra ideális légkört biztosítottak a képzés teljes ideje alatt. Továbbá szeretném megköszönni az ipari és szakmai kollégák részéről a rendkívül hasznos, és értékes véleményüket.

Köszönetemet fejezem ki a Feleségemnek és a Gyermekeimnek azért a szabadidőért, amit e dolgozat megírásáért számomra biztosítottak, és hogy mindvégig bíztak bennem és a legnehezebb időszakokban is szerető támogatásukkal és gondoskodásukkal segítettek.

A kutatómunka a Miskolci Egyetemen működő Alkalmazott Földtudományi Kutatóintézet GINOP-2.3.2-15-2016-00010 jelű "Földi energiaforrások hasznosításához kapcsolódó hatékonyság növelő mérnöki eljárások fejlesztése" projektjének részeként – a Széchenyi 2020 program keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Strukturális és Beruházási Alapok társfinanszírozásával valósul meg.

Összefoglaló

Az előrejelzések alapján (ogj.com) a világ növekvő energiaigénye egyre növekvő mennyiségű kőolaj és földgáz keresletet fog eredményezni a következő évtizedekben. A hosszú távú globális olajigény várhatóan növekedni fog napi 91,0 mboe/d (millió hordó kőolajegyenérték/napról) (2019.) napi 99,5 mboe/d-re 2045-ig (World Oil Outlook, 2020). Ugyanezen tanulmány szerint a napi földgázigény várhatóan 66,9 mboe/d-ról 91,2 mboe/dre fog növekedni. Azonban a könnyen hozzáférhető kőolajat és földgázt az egyre nehezebben elérhető és egyre mélyülő tárolókban előforduló szénhidrogének váltják fel (insideenergy.org), így ezeket a kutakat már jellemzően nehezebb környezeti viszonyok figyelembevételével kell megtervezni. A mélyebben fekvő tárolókba mélyített, tehát jellemzően nagyobb lyuktalpi hőmérséklettel, valamint nagyobb lyuktalpi nyomással rendelkező kutak, a jelenlegi fúrástechnológiai eszközök, és anyagok továbbfejlesztését, illetve új technológiák és/vagy anyagok bevezetését eredményezhetik a sikeres lemélyítés érdekében. Így az ilyen körülmények között is hatékonyan működő fúrási folyadékok előállítása, illetve megválasztása is ezek közé a technológiai kihívások közé tartozik. A szakirodalmi kutatások alapján megállapítható, hogy ezeknek a folyadékoknak leginkább a reológiai tulajdonságaik vizsgálata a megkutatottabb. Az adott összetételű folyadékok kiszűrődés-vizsgálata (vízleadás), illetve annak hatásainak vizsgálatairól csak kevesebb irodalmi adat áll rendelkezésre. A felkutatott szakirodalmi anyagokban az elvégzett kiszűrődés-vizsgálatok, valamint a bemutatott petrofizikai tulajdonságok meghatározása leginkább az Amerikai Kőolaj Intézet (American Petroleum Institute; API) szerint elvégzett mérések alapján történnek. A problémát az okozza, hogy a mérésekhez felhasznált speciális szűrőpapír és kerámia korong, mint modellanyagok, nem rendelkeznek az adott kőzettest mátrix tulajdonságaival illetve nincs elegendő térbeli kiterjesztése az áteresztőképesség változás megállapításához. Az így kapott eredmények félrevezető következtetések levonásához vezethetnek. A természetes kőzetmagokkal végzett ilyen jellegű vizsgálatok viszont nem vagy alig megkutatottak. Ennek oka az lehet, hogy a kőzetminták szempontjából a maradandó elváltozással járó vizsgálatok elvégzéséhez számos kőzetmintára volna szükség. Ezt a helyzetet tovább árnyalja az a tény, hogy a mérések összehasonlíthatóságának feltételeként a kiválasztott kőzetmagok hasonló petrofizikai tulajdonságokkal kellene, hogy rendelkezzenek.

Ezek alapján, olyan új típusú modellanyag kifejlesztését tűztem ki célul, amely leginkább a folyadék-kiszűrődéssel kapcsolatos vizsgálatok összehasonlító mérései

szempontjából a természetes kőzetmagok helyettesítésére alkalmas. A kitűzött cél, olyan mintatestek előállítása volt, amely a lehető legtöbb szempont alapján megfelelően helyettesíti a természetes kőzetmintákat, és így alkalmas a tervezett mérési sorok lefolytatásához. Ennek megfelelően számos követelmény került megfogalmazásra. A kutatási és fejlesztési eljárás során kiemelt szempont volt, hogy egy fizikailag és kémiailag stabil modellanyag kerüljön kialakításra, amely a kőzetmagokat ért igénybevételek során ellenáll elsősorban a nyomásnak, a hőmérsékletnak, valamint a különböző folyadékok kémiai behatásainak. További fontos célkitűzés volt egy széles porozitás és permeabilitás tartományt lefedő minták előállítására alkalmas eljárás kidolgozása. Specifikusan pedig, a rendelkezésre álló természetes homokkőminták porozitás és permeabilitás értékeinek minél pontosabb megközelítése volt a cél az előállítás során. Eredményül, egy olyan mesterségesen konszolidált kőzetmagokat előállító eljárást sikerült kidolgozni, amely felhasználásával a tervezett mérési sorok lefolytatása sikeresnek bizonyult. Számos előny közül talán legfontosabb az előre megválasztható petrofizikai tulajdonságokon túl az, hogy a mintatestek reprodukálható módon, nagy számban állnak rendelkezésre. Ezáltal a mérési sorok tervezhetővé váltak. Ennek a kidolgozott folyamatnak a további előnye az, hogy már a készítési folyamat korai szakaszában is jó közelítéssel megállapítható az adott mintatest abszolút áteresztőképessége, ami az egyik legfontosabb paraméternek számít a mérések során. Amennyiben változtatni kell, úgy szükség szerint gyors beavatkozásra van lehetőség egy adott összetétel és kezelési mód (azaz recept) kidolgozásakor. Ezáltal nincs szükség a teljes előállítási folyamat kivárására, amely akár több hét is lehet.

A tervezett kiszűrődés-vizsgálatok lefolytatásához szükség volt egy olyan mérési elrendezés kialakítására, amely alkalmas az új típusú mesterségesen konszolidált illetve a természetes kőzetmagokon történő vizsgálatok elvégzéséhez. Eredményül az OFITE 17-50-1 mérőműszerhez készíett egyedi gyártású nagynyomású cella a hozzá tartozó magbefogóval együtt egy olyan mérőeszköz jött létre, amely alkalmas 3,81 cm (1,5 in) átmérőjű és legfeljebb 6,98 cm (2,75 in) hosszúságú kőzetmintákon történő kísérletek elvégzésére, ahol a kőzetre ható túlnyomás mértéke illetve a rendszer hőmérséklete egyaránt megválasztható. Az így kialakított mérési módszer további előnye, hogy nem csak a képződött szüredék mennyiségéről kapunk információt, hanem arra is van lehetőség, hogy a maradó permeabilitás meghatározható legyen. A kiszűrődés-vizsgálatokra vonatkozó kísérletek igazolják az eszköz és a módszer alkalmazhatóságát, valamint a mérések reprodukálhatóságát.

Az új típusú mesterségen konszolidált kőzetmagokkal és az átalakított OFITE 17-50-1 mérőeszközzel együtt egy olyan új eljárás jött létre, amely alkalmas fúrási folyadékok tesztelésére, fejlesztésére. Továbbá, ezen technológia alkalmas a nano-anyagokat tartalmazó fúrási folyadékokon történő vizsgálatok lefolytatására is.

Summary

The continuously growing need of energy around the world will yield increasing hydrocarbon demand, based on the recent forecasts (ogj.com). The long term global oil demand will change, thus increase from the annual 91,0 mboe/d to 99,5 mboe/d between 2019 and 2045, as expected in these studies (World Oil Outlook, 2020). However, the easily and economicly accessible, conventional resources will be preceeded by hardly accessible, even deeper, even more unconventional reserves, and hydrocarbon producing wells will be built and designed for these challenging conditions, too (insideenergy.org). As deeper laying reserves come with definitively higher pressure and temperature values, these values will be the design base for the wells, too. These can and will yield and contribute to the development of existing drilling technology tools, and to the introduction of new materials and methods, in order to reach these target zones successfully.

Following these tendencies, the selection and engineering of drilling fluids performing suitably under these conditions are one of the mentioned technological challanges. Based on relevant literature study, one can conduct that the focus of the majority of the recent studies are based on rheology of these drilling fluids. The filtration properties of given composition drilling fluids and their effects, respectively, are a much less researched area of drilling engineering, yielding much more less information to work from. As an evaluation, most of the studied literature, when conducting experiments, or mentioning measurment methodology, relies on stricly the advices, directives and patents of the American Petroleum Institute. These documents state, that the evaluation of filtration should be conducted with special filter-paper and/or a sintered ceramic filter disc acting as the wellbore model. The problem, or in other words the questionable results, come from the fact that neither the paper, nor the disk can reliably exhibit the petrophysical properties of the modeled reservoirs' rock and pore structure and they both lack having enough physical extent to be subject for permeability loss measurements and estimations. Results based on these evaluations can indeed lead to false conclusions, as a well-known risk of these measurements. On the other hand, investigations on real, natural core samples regarding filtration studies is a very poorly researched and documented area. One of the possibly most important reasons for this, as being a permanently damaging measurment in terms of the core sample, these approaches were always turned down because of the high value and small number of natural core samples taken from reservoirs, as these are being spared for Routine Core Analysis (RCAL) and Special Core Analysis (SCAL) measurements. What makes these measurement-samples even harder to gather/artificially establish, that in order to have the ability to compare the effects of different drilling fluids, additives etc., technically speaking, all the samples should have the same petrophysical parameters, which of course is not true in the case of natural core samples.

As follows, our aim was to find, make and design such an artificial core model-material, which is suitable for being a subject of these filtration based measurments, and succeed as a base of comparison on evaluating the effects of different additives, mud components, etc. Overall, the goal set, was to create a valid substitute for natural core samples, and to create a base for investigations with large and/or continuous sample need. In order to match these expectations, several criterea were defined. During the whole research and development project, it was a very important aspect to create physically and chemically stable samples in terms of withstanding the overall forces and effects caused by pressure, temperature and any chemical reaction via viscous fluid flow. In addition the aim was to create such an artificial core development method that is able to create different types of porosity and permeability environments, but each and every type with consistent manufacturing quality. As a result, one can say that these expectations were met in the final process, and the generated core samples indeed can be used as a good candidate as subject of natural core based laboratory measurements.

Being able to choose the range of porosity and/or permeability is a benefit already, but the main advantage is the fact, that once the desired range is chosen, this process can generate core samples relatively fast, and in big numbers. This is a very important ability as in the core analysis and drilling fluid analysis industry the reaction to a contract has to be fast, and being able to generate vast amounts of core samples can clearly win a timespan based tender or any project work more easily, than being prone to the weeks and months of sample inquiry, gathering, etc., so overall the experiment chain can now be plannable. Flexibility is also a key factor, if change needed in parameters, the recipe of the core samples can easily be changed, no big time-outs needed in a job.

In order to be able to perform the planned filtration measurements, a new type of instrument arrangement had to be set up in order to accommodate any natural or artificially consolidated rock samples as subjects of investigation. As a result, the OFITE 17-51-1 instrument was extended with a new locally developed high pressure vessel, now being capable of accommodating sample sizes of 3,81 cm (1,5 inch) in diameter, and up to a maximum length of 6,98 cm (2,75 inch). As an additional feature in this new system, the

overpressure and the temperature now both can be altered and monitored in the device. Besides having information about the quality and quantity of the filtrate, now the porous sample type opens opportunity to investigate residual permeability also. The measurements made so far were in accordance with the methods applicability and the results proved to be reproducable, resulting in such a new measurement method, that utilized for long term drilling mud monitoring and investigation, and is now suitable to observe the effect of nanoparticles added to the drilling mud, both measured in natural circumstances.

1. Bevezetés

A fúrási műveletek célja, hogy összeköttetést biztosítson a felszín és a tervezett geológiai képződmény között annak érdekében, hogy egyszerre egy vagy több kútból a kinyerhető nyersanyag(ok) (kőolaj és/vagy gáz, valamint víz) felszínre szállítása folyamatosan biztosított legyen. Egy adott kút mélyítése akár információszerzési szándékkal is történhet. Mindezeken túl az egyre tudatosabb energiafelhasználási törekvésekkel összhangban egyre nagyobb hangsúly helyeződik a geotermikus energiatermelési rendszerek kialakítására, azaz a hőenergia kitermelése is ezeken a fúrólyukakon keresztül történik. Az ismertetett cél(ok)ból a kút sikeres lemélyítésének egyik feltétele az, hogy az adott fúrásponton a megfelelő fúrási folyadék(ok) legyen(ek) alkalmazva a teljes fúrási művelet során. A fúrási iszapok lehetnek egyfázisú (tisztán gáz vagy folyadék halmazállapotú), valamint kétfázisú gáz és folyadék, vagy folyadék és szilárd anyag(ok) valamilyen arányú keveréke (Szabó, 2012). A kiválasztott fúrási folyadékok minden körülmények között el kell, hogy lássák az alapvető feladataikat (lyukfal megtámasztása, furadék felszínre szállítása, fúrófej hűtése, és rudazat kenése, valamint a korrózióvédő hatás elérése, és rétegkárosító hatások minimalizálása illetve a környezetre gyakorolt hatások lecsökkentése) (Abdou és társai, 2013). A választott fúrási folyadék minden felsorolt feltételnek meg kell, hogy feleljen úgy, hogy azok lehetséges összefüggéseit és kölcsönhatásait is figyelembe kell venni. Az öblítőfolyadék további fontos feladata, hogy a teljes fúrási program ideje alatt minimális vagy ha lehet csak a szükséges mértékű kiszűrődés történjen. Ezt a folyamatot túlegyensúlyozott fúrási körülmények között megszüntetni nem, csak mérsékelni, szabályozni lehetséges. Ebből következik, hogy egy mindenképpen bekövetkező folyamatról van szó, azonban az adott fúrási tevékenység során az a cél, hogy a kiszűrődő folyadék és szilárd részecskék által bekövetkezett káros hatásokat minimalizálják. Mivel a fúráspontokon kizárólag vízbázisú iszapok használata hazai engedélyezett а környezetvédelmi megfontolások alapján, ezért a méréseim során is ilyen típusú folyadékokat használtam fel.

Az ezekhez kapcsolódó mérések az API ajánlás szerint történik szűrőpapírral és/vagy kerámia koronggal. Azonban figyelembe kell venni, hogy az ezeken végzett vizsgálatok nem rendelkeznek a rezervoárra jellemző tulajdonságokkal, így az ilyen esetekben a vizsgálat eredménye félrevezető lehet, mivel a szűrőközeg nem megfelelően szimulálja a tárolókörülményeket. Ezek a mérések történhetnek kőzetmagokon is. Az így kapott

1

eredmények megbízhatóbbak, de az összehasonlító vizsgálatokhoz szükséges kőzetminták mennyiségi és minőségi kritériumai általában nem biztosítottak.

A választott tématerületen a kutatás kiinduló pontjaként azzal kezdtem el foglalkozni, hogy hogyan lehetne fejleszteni a folyadék-kiszűrődés mérési eljárását. A célkitűzéseim a kutatás során így arra irányultak, hogy módot találjak a vizsgált folyamat szempontjából egy jobb eredményeket biztosító modellanyag előállítására. A szakirodalmi kutatás során arra a döntésre jutottam, hogy új típusú kőzetmagok előállításának módszertana szükséges. A hipotézisem kialakításánál fontos szerepet kapott, hogy egyrészt egy fizikailag és kémiailag stabil modellanyag kerüljön kialakításra, amely könnyen reprodukálható és a lehető legtöbb tulajdonság alapján helyettesíteni képes a természetes kőzetmintákat.

A témaválasztásomat az is indokolja, hogy a kutatásom eredményeként előállított kőzetminták valamint, a kapott mérési eredmények felhasználhatóak legyenek a hazai szénhidrogén-bányászat, illetve a földhőhasznosítással kapcsolatos fúrási tevékenységek során.

2. A kutatás célkitűzése, és a kutatási téma lehatárolása

A választott kutatási témám a mélyfűrástechnológiához kapcsolódó kiszűrődési folyamatokhoz köthető. Ez egy olyan összetett kérdéskör, amelynek aktualitása, és fontossága elsősorban a szénhidrogéntermelés céljából mélyülő kutak esetében jelentős, hazai és nemzetközi szempontból egyaránt. A folyadék-kiszűrődés műszaki, termelési, és környezetvédelmi megfontolások szempontjából is rendkívül fontos. Mindezek tekintetében a kutatómunkám fő célkitűzése egy olyan új típusú modellanyag előállítása volt, amely a folyadék-kiszűrődés vizsgálatok szempontjából helyettesíteni képes a természetes homokkő kőzetmintákat.

A disszertáció első részében a kiszűrődés jelenségét mutatom be, és az ezekhez kapcsolódó mérési ajánlásokat ismertetem. Majd a mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállításának lehetőségeit ismertetem a feldolgozott szakirodalom alapján. Laboratóriumi vizsgálatokkal igazolom, hogy a cement alapú új eljárásnak köszönhetően a mesterségesen konszolidált kőzetminták rezervoár, és nem rezervoár alapú alapanyagból állítható ak elő, melyek tervezhető petrofizikai paraméterekkel és megfelelő mechanikai stabilitással rendelkeznek. A porozitás és a permeabilitás széles tartományban való elérhetősége biztosítható egyrészt a homok-cement-víz arány valamint a különböző szemcseméret tartományok, továbbá a megfelelő nyomóerő alkalmazásával. A kapott eredmények alapján kimutatható, hogy a mintatestek utókezelésének módjával, valamint adalékanyagok különböző mértékű felhasználásával is jelentős változás érhető el a pórusrendszerben, amely szintén befolyásolja a porozitást és az áteresztőképességeket.

A dolgozatom másik felében a cél annak a kérdésnek a vizsgálata volt, hogy a reprodukálható módon előállítható mesterségesen konszolidált kőzetmagok megfelelőnek bizonyulnak-e a folyadék-kiszűrődés vizsgálatokhoz. Ennek megállapítására az OFITE 17-50-1 mérőberendezés átalakítása vált szükségessé annak érdekében, hogy a kőzetmagokon történő vizsgálatok elvégezhetőek legyenek. Az új mérési elrendezéssel különböző hőmérsékleten, különböző fúrási folyadékok segítségével, és különböző petrofizikai paraméterekkel rendelkező kőzetcsoportok felhasználásával sikerült elvégezni az összehasonlító méréseket valamint igazolni, hogy a mesterségesen konszolidált kőzetmagok

3. A folyadék-kiszűrődés szerepe a mélyfúrásban

A mélyfúrási gyakorlatban az adott kút lemélyítése leginkább folyadékfázisú öblítő közeggel történik, amely olaj- vagy vízbázisú lehet. A művelet során a geológiai képződmények átharántolása közben az öblítő folyadék hidrosztatikai nyomása ellennyomásként hat az átfúrt rétegekre. Ha mindeközben az iszaposzlopból származó hidrosztatikai nyomása kisebb, mint a kőzettest nyomása akkor alulegyensúlyozott, míg ha az meghaladja a formáció nyomását, akkor túlegyensúlyozott tevékenységről beszélhetünk. Ez utóbbi esetben a nagyobb hidrosztatikai nyomással rendelkező fúrási folyadék vízfázisa és a szilárd részecskéinek egy része a porózus kőzettest pórusaiba áramlik, míg a kiszűrődő fúrási folyadék szilárd részecskéinek nagy része a lyukfalon egy réteget képez. Ezt az általában vékony, jellemzően kis áteresztőképességű réteget iszaplepénynek nevezzük. Úgy is mondhatjuk, hogy az iszaplepény nem más, mint a folyadékát vesztett öblítő közeg a lyukfalon. Ilyen módon, a túlegyensúlyozott fúrásoknál a kiszűrődési veszteség, azaz a kiszűrődés folyamata elkerülhetetlen, azonban annak mennyiségét minimalizálni szükséges. Ennek oka többrétű. A nagyobb mennyiségű folyadék vesztése az iszaplepény megvastagodásához vezethet, ami fúrástechnológia szempontjából mindenképpen szükséges elkerülni. Ilyen esetben a vastagodott iszaplepény csökkenti a fúrólyuk átmérőjét, amely a fúrást követő kiépítésnél túlhúzást eredményezhet a fúrási szerszámzaton. Ezen felül, a folyadékáramlás hidraulikai viszonyai is kedvezőtlenül alakulnak. Ha a szűkebb fúrólyukban a folyadék számára kisebb térrész áll rendelkezésre, akkor az megváltoztathatja az áramlás képét, ezzel lerontva a hidraulikai viszonyokat. A vastag iszaplepény miatt kialakult fúrólyuk-szűkület nagyobb súrlódási nyomásveszteséget eredményez a energiaszükségletet gyűrűstérben, ami egyrészt nagyobb igényel felszíni а iszapszivattyúktól, másrészt tovább nőhet a differenciális nyomáskülönbség az iszapoldali és a kőzettest felőli nyomások között, ezzel adva lehetőséget a még nagyobb mértékű kiszűrődéshez, és az iszaplepény még további megvastagodásához. Ennek a folyamatnak az lehet a következménye, hogy a kialakult vastag iszaplepény leválik a lyukfalról, ami miatt megnő a fúrószerszám megszorulásának az esélye (Dormán, 1975). A nagy intenzitású kiszűrődés és a vastag iszaplepény megnöveli a differenciális megszorulás kockázatát is, amit az egyik legsúlyosabb és az egyik leggyakoribb időkieséssel járó technológiai problémaként tartanak számon a mélyfúrásban (Koncz és társai, 2017). Differenciális megszorulásról akkor beszélünk, mikor a rétegnyomáshoz viszonyítva a nagyobb hidrosztatikus nyomással rendelkező fúrólyuk oldali nyomás a rudazatot a fúrólyuk falához nyomja, aminek hatására a rudazat a kis áteresztőképességű iszaplepénybe tapad (1. ábra). Ennek következtében a szerszám forgatása és mozgatása nem lehetséges, azonban a rudazaton keresztül történő öblítés továbbra is lehetőség nyílik. Ennek a nem kívánt folyamatnak az eredménye mentési művelet, vagy akár a kút elvesztése is lehet. Irányított ferdefúrások esetén, vagy a rudazat túlzott kihajlásakor a nem megfelelő minőségű iszaplepény könnyebben megbomlik, és így az nem tudja hatékonyan ellátni a feladatát. Az ilyen esetekben az álló helyzetbe kerülő rudazatnál nagyobb eséllyel alakulhat ki a differenciális megszorulás.



1. ábra: Differenciális megszorulás *Forrás: (www.factory2021.ru)*

Az iszaplepény szükségtelen megvastagodása okozhatja továbbá a fúrófej labdásodását (bit balling), mely során a rudazat emelésének következtében az iszaplepény rátapadhat a fúrófejre, ezzel csökkentve a további lemélyítés ütemét. A nem megfelelő vastagságú iszaplepény közvetlen kiváltó oka lehet a dugattyúzó hatás kialakulásának is. Ilyenkor a rudazat mozgatása közben nincs elegendő felület ahhoz, hogy a fúrási folyadék a fúrófej alá kerülhessen. Ezért a hirtelen szerszámemelés során a lyuktalpi nyomás lecsökken, ami kútbeinduláshoz vagy rosszabb esetben kitörésvédelmi helyzethez vezethet.

Azonban egy vékony, és gyorsan kialakuló iszaplepény mindenképpen szükséges a túlegyensúlyozott fúrási gyakorlatban (2. ábra). Egy ilyen, vékony és kis áteresztőképességű iszaplepény elősegíti a lyukfal stabilitás megőrzését, mivel elkerülhető a pórustérbe történő nagy mennyiségű folyadék beáramlása, és ezzel megakadályozható a fúrólyuk közeli pórustérrész elárasztása. Ez a folyamat különösen fontos a nagy agyagásvány tartalmú rétegeknél, ahol jellemző az agyagok duzzadása és diszpergálódása, amely további műszaki gondokat okozhat. A kívánt vastagságú iszaplepény elérését elősegíti, a szilárdanyag tartalom minimális szinten tartása. Az alacsony szilárdanyag tartalommal rendelkező öblítő folyadékok nagyobb fúrási sebesség (Rate of Penetration; ROP) elérését teszik lehetővé, amely fúrástechnológiai szempontból lecsökkenti a nyitott lyukszakasz izolálatlan, nyitott periódusát, és gazdasági értelemben lecsökkenti a fúrási tevékenységhez szükséges időt. Tárolóvédő folyadék használata esetén a hatékony folyadék-kiszűrődés szabályozásához, valamint a szilárd részecskék pórustérbe jutásának megakadályozásához szükséges a pórustorokban fizikai gátat képző (úgynevezett hídképző) részecskék optimalizálása az adott kőzettestre. Ilyen jellegű anyagok használatára tett javaslatot Abrams 1977-ben, mely szerint a részecskék megfelelő mérete és megfelelő koncentrációja egyaránt szükséges az ideális iszaplepény kialakulásához. Vickers és társai (2006.) szerint, ha a szilárd részecskéket a nagy, közepes és néhány kisebb pórusra választják ki, akkor az eredmény egy olyan részecskeméret-eloszlás lesz a hídképző anyagok szempontjából, amely meglehetősen hatékonyan képes a porózus kőzet pórusait lezárni.



2. ábra: Iszaplepény és a kiszűrődési jelenség *Forrás: Siddig és társai, 2020*

Továbbá ha lehet, akkor törekedni kell a vékony és nem ragadós iszaplepény eléréséhez, mivel az nem növeli a súrlódást a rudazat mozgatásakor, illetve csökkenti a szerszám megszorulásának lehetőségét, ezzel elősegítve a mélyítés sikerességét. A vékony iszaplepény hozzájárul a mérettartó fúrólyuk biztosításához, valamint ennek a kialakult rétegnek az eltávolítása is könnyebb, illetve hatékonyabban kivitelezhető, amely történhet kémiai és/vagy mechanikai eszközökkel. Ebben az esetben javulnak a cementezési feltételek, és ezzel elősegíthető a rétegek közötti kommunikáció megszűntetése.

Mindemellett a kiszűrődés folyamata jelentősen befolyásolja az adott kút termelőkapacitását is. A szénhidrogén bányászat szempontjából ennek jelentősége abban rejlik, hogy fúrási tevékenység következtében kialakuló elárasztott térrész (skin zone) lecsökkenti a rezervoár kezdeti áteresztőképességét, ezzel csökkentve tehát a szénhidrogén kitermelésének potenciálját.

A geotermikus energia hasznosítás terén ennek a folyamatnak a kedvezőtlen hatásai kettősek. Egyrészt az elárasztott (károsodott) térrész lecsökkent permeabilitású régiója miatt a termelő kutak – az olaj- és gázkutakhoz hasonlóan – csökkent termelőkapacitással rendelkezhetnek. Valamint a visszasajtoló kutak esetében ez a károsodott térrész megnehezítheti a használt vízkészlet visszasajtolását a rétegbe.

Összefoglalva tehát elmondható, hogy a kiszűrődés jelenség egy olyan összetett kérdéskör, amely az újonnan mélyülő – szénhidrogén, vagy geotermikus – kutaknál, valamint egyes kútjavítási munkálatoknál alapvető befolyással van mind a gazdasági, a környezetvédelmi és mind a műszaki folyamatok alakulására. Azt gondolom, hogy ennek a támaterületnek a kutatása kiemelt jelentőségű, és jól láthatóan fontos részét képezi a jelenlegi és valószínűleg a jövőben is felmerülő elsősorban fúrástechnológiai kihívásoknak.

4. A kiszűrődés-vizsgálat

A vízleadás meghatározása, azaz a kiszűrődés-vizsgálat (Fluid Loss Test) a fúrási folyadékok rutin mérései közé tartozik mind a terepen történő, mind pedig a laboratóriumban végzett vizsgálatok között. Ezek a mérési eljárások széles körben elterjedtek az API (American Petroleum Institute) által kidolgozott ajánlások szerint. A vállalati szabályozások kiegészülhetnek különféle mérési módszerekkel, de a vízbázisú iszapokra kidolgozott API-13B-1, az olajbázisú iszapokra vonatkozó API-13B-2, valamint a laboratóriumi vizsgálatokhoz társuló API-RP-13I ajánlások az általánosan elfogadottak és elterjedtek mind a hazai és mind a nemzetközi gyakorlatban (Koncz és társai, 2017). Mindezek alapján a széles körű felhasználást megkönnyíti a mérési eredmények összehasonlíthatóságát, és könnyebb értelmezhetőséget biztosít a fúrási gyakorlatbal rendelkező szakemberek számára.

Az öblítő folyadékok kiszűrődési folyamata és az iszaplepény jellemzőinek mérése alapvető fontosságú a fúrási folyadék paramétereinek szabályozásában és kezelésében, valamint a szűrlet jellemzői, fontos információval rendelkeznek az adott folyadékkal kapcsolatosan. Ezeket a jellemzőket befolyásolják a folyadékban lévő szilárd anyagok típusa és mennyisége, valamint azok fizikai és kémiai kölcsönhatásai, amelyeket viszont befolyásol a hőmérséklet és a nyomás. Ezért a teszteket kisnyomáson/kis hőmérsékleten és nagynyomáson/nagy hőmérsékleten is egyaránt elvégzik, az adott mérési körülményhez tartozó modellanyaggal és mérőműszerrel.

4.1 Kis hőmérsékletű és kisnyomású tesztek

Az API ajánlás szerinti méréseket a 3. ábrán található Fann gyártmányú mérőeszközön végeztem el. A méréshez használt szűrőprés egy hengeres iszapcellából áll, amelynek belső átmérője 76,2 mm (3,0 in) és magassága legalább 64,0 mm (2,5 in). A fúrási folyadék kémhatása általában lúgos, jellemzően 8,5-10,5 pH közötti értékűek. A hengeres cella az ilyen lúgos oldatoknak ellenálló anyagból készül, és a kialakításának köszönhetően a folyadékra ható nitrogén gáz nyomásfokozása, illetve annak lefúvatása is könnyen biztosítható a cella tetején elhelyezett furaton keresztül. A mérés 6,89 bar (100 psi) túlnyomáson történik. A cella további sajátossága, hogy annak aljára elhelyezhető egy 90 mm (3,54 in) átmérőjű szűrőpapír, amelyen a mérés során kialakul az iszaplepény. Az ajánlás szerint az összehasonlítható mérési eredmények érdekében Whatman No. 50 vag y

azzal megegyező tulajdonságokat mutató modellanyag használható. A szüredék egy 4580 mm²-es (7,1 in²) felületen képződik, amely a nyomástartó edény alsó részen lévő lefolyócsövön keresztül gyűjthető a mérőhengerbe, amely általában 10 vagy 25 cm³-es (0,61 in³; 1,22 in³) térfogatú.



3. ábra: Kiszűrődés-vizsgáló mérőeszköz (Fann; Multi unit Filter Press) Forrás: www. fann.com

Az előkészített, ismert mérési hőmérsékletű fúrási folyadékmintát egy tiszta, sérülésmentes cellába kell tölteni oly módon, hogy annak folyadékszintje megközelítse a nyomástartó edényben kialakított horonyban helyet foglaló tömítést (O-ring). Ezt követően helyezhető a szűrőpapír a korbábban behelyezett tömítésre. A cellát ezek után le kell zárni az erre a célra kialakított végzáróval, majd a biztosító csavarral történő rögzítést követően a - már mérésre alkalmas - nyomástartó cellát az állványba lehet helyezni. A mérés megkezdése előtt egy mérőhengert kell a cella alján található lefolyócső alá helyezni, amelyben összegyűjtésre kerül a szüredék. A mérés kezdete a vizsgált fúrási folyadék nyomás alá helyezéskor történik. A túlnyomás értékét a nyomásszabályzón keresztül 6,89 bar (100 psi) értékre kell beállítani, úgy hogy ez a folyamat kevesebb, mint 30 másodpercet vegyen igénybe.

A mérési folyamat befejeztével a szabályzó szelepet zárni kell, majd a rendszer nyomását le kell fúvatni. Ekkor a cella az állványból kivehető és szétszedhető. A zárósapka eltávolítását követően rendkívül óvatosan a szűrőpapír kiemelhető a nyomástartó edényből. Ezt - az iszaplepénnyel együtt - enyhe folyóvízzel le kell öblíteni annak érdekében, hogy a rátapadt iszapréteget eltávolítsuk és a kialakult iszaplepény vastagsága mérhető legyen. Az iszaplepény vastagságát 0,8 mm (1/32 in) pontosággal kell megadni. A keletkezett szüredék mennyiségét pedig 0,1 cm³-es közelítéssel kell rögzíteni a vizsgálati lapon vagy jegyzőkönyvben.

4.2 Nagy hőmérsékletű és nagynyomású tesztek

A nagy hőmérsékletű és nagynyomású tesztek megkezdése előtt meg kell bizonyosodni arról, hogy a rendelkezésre álló mérőműszer tervezett mérési tartományban való működtetése megengedett–e a gyártó által. Elengedhetetlen az ilyen irányú feltételek szigorú betartása a mintatérfogatra, a hőmérsékletre és a nyomásra arra vonatkozóan, hogy a mérési folyamat során elkerülhetőek legyenek az esetleges sérülések, balesetek. Továbbá biztonsági szempontok alapján a mérés megkezdése előtt meg kell bizonyosodni afelől, hogy a mérőműszer illetve annak tartozékai sérülésmentesek, és használatukkal a tervezni kívánt mérés biztonságosan lefolytatható a gyártói előírás figyelembevételével. A modellanyagra ható differenciális nyomás értéke és mérési hőmérséklete szabadon megválasztható, úgy hogy a rendelkezésre álló mérőműszernek (például OFITE 17-50-1) az esetében ezek az értékek maximum 137,89 bar (2000 psi), és maximum 260 °C (500 °F) lehet.

A nagy hőmérsékletű és nagynyomású kiszűrődés-vizsgálatokat és statikus körülmények között végezzük, ahol két mérési folyamatot különböztetünk meg. Az első, amely 176,67 °C-ig (350 °F) történik, illetve egy másikat, amely ettől nagyobb hőmérsékleten megy végbe. Az általam elvégzett, választott réteghőmérsékletű (96 °C; 204,8 °F) vizsgálatok alatt a beállított túlnyomás – azaz a modellanyagra ható nyomás - értéke 15 bar (217,56 psi) volt. Ez az érték gyakorlati szempontból elfogadható, ha egy jól megkutatott magyarországi szénhidrogén előfordulását feltételezzük. Ilyen esetben az ismert rétegnyomásokat figyelembe véve jól tervezhető az adott fúrási folyadék sűrűsége, ezzel a termelőrétegre ható túlnyomás mértéke is, amely feltételezésem szerint a választott - 15 bar (217,56 psi) – túlnyomás körül alakul.

Az OFITE 17-50-1 mérőeszköz főbb részeit a 4. ábra mutatja: iszapcella (1), amelynek mindkét végén egy-egy szeleppel ellátott záródugó (2) található. További részei a cella fűtésére szolgáló rendszer (3), egy nyomás alatt álló gyűjtőcella (4), amely képes fenntartani megfelelő ellennyomást annak érdekében, hogy a keletkező szűrlet ne párologjon el.



4. ábra: Permeability Plugging Test; (Model: 17-50-1) Forrás: www. ofite.com

A mérés folyamata első lépéseként a fűtőköpenyt fel kell fűteni úgy, hogy annak hőmérséklete körülbelül 6 °C-al (10 °F) haladja meg vizsgálati hőmérsékletet. A vizsgálatra kijelölt fúrási folyadékot elő kell készíteni úgy, hogy azt egy keverő segítségével 10.000 RPM fordulatszámon, legalább 10 percig kell keverni. A felső záródugó és szelep behelyezését követően a folyadékminta a cellába tölthető, úgy hogy annak folyadékszintje 2,54 cm-rel (1 in.) maradjon el az alsó záródugó felső pontjától. Ez a szint általában jelölve van a nagynyomású cellában. Erre azért van szükség, hogy elegendő térrész maradjon a folyadék számára a hőmérséklet növekedésével járó térfogatváltozáshoz. Ezek után a szűrőpapír kerül behelyezésre, majd az alsó záródugó is a helyére kerülhet. Ennek a rögzítőcsavarjainak a meghúzását követően a szelep elzárása történik.

Az összeépített, mérésre alkalmas nyomástartó edény a fűtőköpenybe helyezhető, majd a nagynyomású szüredékgyűjtő egység (4. ábra (4); high-pressure filtrate collection vessel assembly) csatlakoztatása következik az alsó szelephez. A felső szelephez pedig a nitrogén gáz reduktor nagynyomású tömlője rögzül.

A mérés időtartalma a kisnyomású és kis hőmérsékletű vizsgálathoz hasonlóan 30 perc. A kapott szüredék mennyiséget rögzíteni szükséges a vizsgálati jegyzőkönyvben. A mérés végeztével a rendszert vissza kell hűteni, majd a nyomást le kell engedni. Ezt követően az eszköz szétszedhető annak érdekében, hogy az iszaplepény vastagsága mérhető, és minősége meghatározható legyen.

A mérési folyamat során a szüredék és az iszaplepényképződéshez szükséges modellanyagok különbözőek lehetnek, attól függően, hogy milyen hőmérséklet és

nyomástartományban történik a vizsgálat. A kis hőmérsékletű és kisnyomású tesztek alkalmával egy speciális ("keményített") szűrőpapír látja el ezt a feladatot, amelynek az átmérője 90 mm (3,54 in), és vastagsága 0,137 mm (0,0054 in), amelyből a szűrési terület 4580 mm² \pm 60 mm² (7,1 in² \pm 0,1 in²), az API ajánlás szerint. A szűrőpapírral kapcsolatos további követelmények a 1. táblázat kerültek összefoglalásra. Innen kiolvasható, hogy a nagyobb hőmérséklettartományban, illetve nagyobb nyomáskülönbségeknél szintén alkalmas a szűrőpapír, mint modellanyag. Ezeknek azonban az átmérője kisebb annak érdekében, hogy a mérőberendezéshez megfelelően illeszkedjen. Az üvegszálas szűrők működése hasonló a szűrőpapírokéhoz, melyekről általánosságban elmondható, hogy kémiailag ellenálló képességük rendkívül jó, és akár 500 °C-ig (932 °F) hőállóak. Továbbá agresszív közegek szűrésére is alkalmasak.

		Mérési körülmények			
		Alacsony hőmérséklet és alacsonynyomás	Nagy hőmérséklet és nagynyomás		
Modellanyag megnevezése	Mértékegység	Szűrőpapír	Szűrőpapír	Üvegszálas szűrő	Kerámia lemez
Hőméréslet tartomány vagy maximum	(°C)	175	175	175-200	> 200
Alkalmazott nyomás	(bar)	6,89	89,63	89,63	137,89
Átmérő	(mm)	90	63,5	63,5	-
Hamutartalom	(%)	< 0,015	< 0,015	< 0,015	-
Tömeg	(g/m2)	92	92	92	-
Szűrési sebesség	(Herzberg)	2685	2685	2685	-
Retenció	(µm)	2-5	2-5	2-5	5-10

1. táblázat: Kiszűrődés-vizsgálatokhoz használt modellanyagok tulajdonságai

A nagy hőmérsékletű és nagynyomású mérések, azaz a nagy hőmérsékletű és nagynyomású (High Temperature and High Pressure; HTHP) kutakban zajló vízleadási folyamat mérésére szolgáló modellanyag a kerámia korong. Ez az anyag szorosan (úgynevezett szinterezéssel) összeillesztett részecskékből állnak, így jellemzően nagy szilárdságú egyenletes áteresztőképességű anyagot eredményeznek. Pórusrendszerük hasonlóságot mutat a porózus kőzetmagok pórusrendszeréhez. Elkészítésükhöz használt anyagok általában az alumínium-oxid és a szilícium-dioxid, de az anyagjellemzők, formájuk és méreteik szinte számos változatban állnak rendelkezésre. Ezzel elvi lehetőség nyílik a

folyadékveszteség meghatározására a fúrandó képződményekéhez hasonló porozitások mellett. Ez nagy előnyt jelent a szűrőpapírral szemben. Ezen kívül a kerámia korongoknak a papírral ellentétben van térbeli kiterjedésük, ami a korongok vastagságával fejezhető ki. Ezek vastagsága 0,635 cm (0,25 in). Továbbá ezekkel az anyagokkal az API szabvány alapján lehetőség van a permeabilitás változás meghatározására is.

Korábban a kerámia korongok pórusainak az átlagos pórustorok átmérőjét és áteresztőképességét légpermeabilitásos mérésekkel határozták meg. Az API által finanszírozott legújabb kutatások a legfrissebb higanybesajtolásos technológiát alkalmazzák ezeknek a jellemzőknek a meghatározásához. Ez az új tesztelési eljárás megállapította, hogy a kerámia korongok gyártási eljárása nem teszi lehetővé a - kötegekben kapható – kerámia korong csoportok közötti abszolút egyezőséget (ofite.com). Tehát a piacon elérhető ilyen típusú modellanyagok előállítása folytonosan nem reprodukálható! Valamint a gyártó közlése szerint az átlagos pórustorok átmérője és áteresztőképessége a statisztikai adatok átlagát jelenti (ofite.com). Ezek alapján megállapítható, hogy az adott modellanyag porozitása és/vagy permeabilitása csak egy névleges értéket kap a gyártótól. A maradó áteresztőképesség változás megállapítása így nem lehet pontos, mivel a felhasznált modellanyag kezdeti petrofizikai értékei nem ismertek pontosan, mivel azok csak statisztikai adatok átlagán alapulnak, és ezzel megkérdőjelezve az eredmények hitelességét. A rendelkezésre álló mintatestek úgynevezett bemérésére persze van lehetőség, azaz a kívánt paraméterek megállapítása, vagy ellenőrzése lehetséges egy speciálisan arra kifejlesztett mérőeszköz segítségével. Ez többletidőt és energiát eredményez a felhasználó számára, valamint szükség esetén a bemérésre szolgáló mérőeszköz megépítése és az abból származó eredmények validálása is megnöveli a mérésre szánt időt és költségeket.

Összefoglalva tehát, a kiszűrődési folyamatok méréseinél használt modellanyagok különbözőek lehetnek, attól függően, hogy azokat milyen hőmérséklet- és nyomástartományban kívánjuk használni. Ezekkel az anyagokkal végzett mérések nagy előnye, hogy széles körben ismert és használt, valamint az iparban dolgozók számára könnyen értelmezhető információt szolgáltat az adott folyadék tulajdonságairól. Azonban felhasználásuk szerint számos korláttal rendelkeznek mindezek az anyagok. A szűrőpapír használatakor nincs lehetőség a maradó permeabilitás meghatározására. Nagy hőmérsékletű és nagynyomású körülmények között végzett mérési folyamatoknál lehetőség van a kerámia korongon keresztül történő visszaáramoltatásra, azaz a maradó permeabilitás meghatározására, azonban az olajiparban széles körben is ismert gyártó sem tudja garantálni a modellanyagok petrofizikai paramétereinek az állandósáságát. Továbbá ezeknek a porózus

13

anyagoknak nem ismert a pórusméret eloszlása, és a nedvesítési tulajdonsága sem, illetve kérdéses lehet a közölt paraméterek állandósága is a gyártás során.

5. Mesterségesen konszolidált kőzetmagok

A kiszűrődés-vizsgálatok során természetesen lehetőség van a kőzetmagokon történő vizsgálatok elvégzésére is. Az ilyen jellegű megfigyelések nem újszerűek, mivel az ilyen típusú mérési folyamatokra lett kifejlesztve például a Core Lab gyártmányú Formation Damage System – FDS 1000-200 elnevezésű mérőeszköz. Ilyen esetekben előre meghatározandóak a mintatestek petrofizikai paraméterei és egyéb sajátosságai, amelyek pontosabb kezdeti (input) adatokat szolgáltatnak. Ezekkel az anyagokkal végzett kiszűrődés-vizsgálatok az alábbiak szerint folytathatóak le (5. ábra). A kőzetmagot telíteni kell, majd az effektív áteresztőképesség mérés következik, ahol az átáramló folyadék megegyezik a telítésnél használt folyadékkal (I.). Második lépésben kerül sor a fúrási folyadékkal történő mérésre (II.) úgy, hogy az a korábbi mérés áramlási irányával ellentétes irányú. Végül egy újabb effektív áteresztőképesség mérés következik (III.), ahol az áramló folyadék megegyezik a korábbiakban használtakkal. A maradó permeabilitás értéke a két effektív áteresztőképesség különbsége.



5. ábra: Mérési sorrend a természetes és a mesterségesen konszolidált kőzettestek maradó permeabilitás meghatározásához

Figyelembe véve, hogy ezeknél a típusú méréseknél egy mintatestet csak egyszer lehet felhasználni - a pórustérben bekövetkező fúrási folyadék által okozott szennyezés miatt - így az adott tárolóból felhasználható, rendelkezésre álló természetes kőzeteken végezhető mérések, illetve kísérletek száma véges. Ha a legalkalmasabb mintatest(ek) a rezervoárból származó kőzetmag(ok), akkor ezzel világossá vált az a cél, mely szerint, az új típusú mintatesteknek a lehető legtöbb tulajdonságukban el kell, hogy érjék vagy meg kell, hogy közelítsék a természetes kőzetmagok jellemzőit a tervezett mérésekhez. A megvalósítani kívánt mesterségesen konszolidált kőzetmagok egy jól felépített szempontrendszer alapján több és megbízhatóbb eredményeket adhatnak a tervezett mérési sorok lefolytatásakor. Az olajipar számára szükséges természetes kőzetmagokhoz hasonló, úgynevezett mesterségesen konszolidált mintatestek előállítására tett első kísérletek már több évtizedre nyúlnak vissza (Jishun, 2004.). A technológia fejlődésével újabb anyagok és eszközök kerültek felhasználásra attól függően, hogy milyen területen kívántak ezekkel a mintatestekkel kutatásokat elvégezni. A szakirodalom alapján számos, különböző módszer segítségével előállíthatók olyan mesterséges kőzetmagok (6. ábra), amelyeken akár szénhidrogén tárolókhoz kapcsolódó labor kísérleteket is el lehet végezni (alapvető magvizsgálatok, elárasztásos vizsgálat, EOR modell kísérletek, stb.).



6. ábra: Mesterségesen konszolidált kőzetmagok lehetséges előállítási módjai a szakirodalom anyagok alapján

Mindenekelőtt szükség van alapanyagokra, amelyek valamilyen vázanyagból, illetve kötőanyagból állnak. Vázanyagként a legtöbb technológia természetes kvarc szemcsét használ (Holt és Kenter, 1992; Den Brok és társai, 1997; David és társai, 1998; Holt, 2001; Al Homadhi 2002; Al-Homadhi és Hamada, 2001; 2003; Saidi és társai; 2003, Rong és társai 2012a, 2012b; Jishun, 2004.), míg mások mesterséges üveg gyöngyöket (Weinhardt és Heinemann, 1985), hulladéküveget és kőzet zúzalékot (Lee és társai, 2008), vagy hulladék kőzet iszapot (Chang és társai, 2010) használnak, hogy mesterségesen konszolidált porózus közeget hozzanak létre.

A másik nélkülözhetetlen alapanyag, egy megfelelő kötőanyag. Attól függően, hogy mi a konkrét, tervezett felhasználási területe az elkészült mesterséges magnak, különböző kötőanyagokat alkalmazhatunk. Nátrium szilikáttal, vagy alkáli szilika géllel törékeny (rideg mechanikai tulajdonságú) cementanyag állítható elő (Holt és Kenter, 1992; Holt és társai, 1993; Den Brok, 1993; David és társai, 1998; Al Homadhi, 2002; Hamada és Al-Homadhi, 2017). A kedvező tulajdonságai mellett meg kell jegyezni, hogy szilika géles kötőanyag közegben devitrifikálódhat (Den Brok, 1993), ezért folyadékkal mért vizes áteresztőképesség meghatározása nem végezhetőek el biztonsággal ilyen mintatesteken. Ezen próbáltak javítani Tillotson és társai (2012), akik kaolinites agyagokkal javították a nátrium szilikát alapú kötőanyagot, hogy erősebb kémiai kötéseket hozzanak létre benne. Más rideg kötőanyagok is alkalmazhatóak, mint például a boroszilikát üveg (Bernabé és társai, 1992; Den Brok és társai, 1997) vagy a Visser (1988) által használt erősen toxikus SiCl4. Hasonlóképpen portland cement vagy különböző típusú ipari cementek is szolgálhatnak kötőanyagként (Viksne és társai, 1961; Saidi és társai, 2003; Chen és Zhang, 2014; Rios és társai, 2014; Younessi és társai, 2013; Marco és társai, 2018), mellyel szintén egy törékeny, rideg cementanyagú mintatest készül. További előnye a cement alapú kötőanyagoknak, hogy alapvetően víznedves közeget jelentenek, mellyel jól közelíthetők a természetes homokkövek víznedves tulajdonságai. Rideg kőzettest készíthető agyag kiégetéses módszerrel is, mint azt Maccarini (1987) és Shabdirova és társai (2016) valamint Hezmi és társai, (2009) is tette. Az előzőekkel ellentétben gyantával (epoxy ragasztó) egy mechanikusan képlékenyen viselkedő kötőanyag hozható létre (Rathore és társai, 1995; Lee és társai, 2008; Zheng és társai, 2014; Xie és társai, 2016, Klimentos és Parker, 1988). Az így készült mintatestek ezért mechanikai paramétereken alapuló kísérletekre nem alkalmasak, hiszen az eredmény nem lesz reprezentatív a természetes rezervoár közegekre. Viszont a vizes közegekkel való mérésekhez, kísérletekhez alkalmas, annak figyelembevételével, hogy ez a kötőanyag általában olajnedvesen viselkedik (Xie és társai, 2016).

Létezik egy további alternatíva a mesterségesen konszolidált homokkövek előállítására, amely mikrobiológiai karbonátkicsapódáson alapul (Stocks-Fischer és társai, 1999, Sherlock és Siggins, 2003; De Muynck és társai, 2010; Dhami és társai, 2013). A módszer építészeti alkalmazásainak lehetőségét is többen kutatták (Stocks-Fischer és társai, 1999; Bachmeier és társai, 2002; Al-Thawadi, 2008, van Paassen és társai, 2010; Dhami és társai, 2013). Ezek alapján az olajiparban használatos mintatestek is készíthetőek ilyen módon (Nemati és Voordouw, 2003; Rong és társai, 2012a, 2012b). Alkalmazási területként említhető még a savas esők által okozott mikrostrukturális és kémiai jellemzők változásának megállapítása ilyen típusú kőzetekben (Eyssautier-Chuine és társai, 2016).

Az igényeknek megfelelően a kiválasztott alapanyagokból alapos homogenizálással egy kőzetmasszát kapunk. Ezt a keveréket valamilyen tömörítő eljárással általában henger vagy hasáb formájú cellába kell tölteni. A keverék megfelelő sűrűségét különböző eszközökkel és berendezésekkel lehet elérni, melyek vibrációs és/vagy kompakciós elveken működnek (Holt és Kenter, 1992; Al Homadhi, 2002; Lee és társai, 2008; Chang és társai, 2010). A technológiától és az alapanyagoktól függően a formába töltött és tömörített keveréket a kötési idő alatt különböző mértékű nyomáson és/vagy hőmérsékleten kell tartani. Ez azért is fontos lehet, mivel a természetes rezervoár kőzetek a diagenezise a mélyben zajlik, esetenként több ezer méter mélyen a felszín alatt, tehát nagynyomáson és hőmérsékleten történik. Ezért mérlegelni kell, hogy a mesterségesen konszolidált kőzettest készítése során hogyan és milyen mértékű nyomást alkalmazunk (Holt, 2001). Másrészt a természetes kőzetmagok felszín alóli kiemelésekor (magvétel) fellépő hirtelen nyomásesést is imitálhatja a nyomás alól illetve a formából való kivétel, így mind jobban közelítve a rezervoárból származó kőzetmintát (Holt, 2001).

A kifejlesztett eljárással készített mesterségesen konszolidált kőzetek, rezervoár és nem rezervoár alapú kőzetalapanyagból is készülhetnek. A mélyfúrásból származó alapanyag tekinthető a rezervoár alapú alapanyagnak, míg a nem rezervoár alapú kőzetalapanyagok a folyami- és bányahomokok, valamint a külszíni kőbányákból fejtett kőzetek őrleményei. Általánosan elmondható, hogy a kezdeti kísérletekben építési homokot használtam, melyet később, a technológia finomodásával a rezervoárból származó homokra cseréltem. A nem rezervoár kőzetalapanyagnak a könnyen hozzáférhető és tapasztalataim alapján állandó minőséget biztosító Lasselsberger-Knauf kvarchomok adta. Természetesen az ásványos összetétel alapján is próbáltam a természetes vázalkotó szemcsékhez hasonlót találni. Eszerint úgy találtam, hogy ez a termék megfelel az elvárásaimnak, mivel a természetes alapanyaghoz hasonlóan ez is kvarcdús, valamint szemcseméret tartománya lefedi a rezervoár alapú alapanyagot alkotó szemcsék tartományát, így annak aprítására nem volt szükség.

A rezervoár alapú kőzetalapanyagot leginkább a fúrómagokból kifúrt dugók után visszamaradt héjszerkezetek (7. ábra) adták, illetve olyan fúrómag darabok, amelyekből már kőzetmag dugót (plugot) nem lehetett kialakítani. Az alkalmazott technológia előnye, hogy ezzel a vázanyaggal a természetes kőzetmagokhoz hasonló ásványos összetételű mintatest állítható elő, ezzel is elősegítve a két mintatest közötti hasonlóságot.

A szakirodalmi kutatások alapján a cement alapú kötőanyaggal történő előállítás mellett döntöttem. A számos lehetőség közül, egyrészt azért választottam ezt a típusú kötőanyagot, mert a nedvesítési tulajdonságok alapján kedvezőnek ígérkezett, másrészt az Alkalmazott Földtudományi Kutatóintézetben meg volt az előállításhoz szükséges infrastruktúra. A választott cementet a Mapei Kft. biztosította a kutatási időszak teljes ideje alatt. A kötőanyag a kereskedelmi forgalomban is elérhető Ultraplan Eco 20 típusú kötőanyag módosított változata, amely homok és mészkőliszt mentes. A cement gyors kötését és a nagy nyomószilárdságot az aluminátos komponensekkel dúsított portland cement biztosítja, amely félgipszet is tartalmaz. A felhasználási szempontok alapján így a hőmérséklet maximum 150-180°C körül alakul. Ebben a hőmérséklet tartományban ugyanis bekövetkezik az a hőteher, melynek hatására elindul az úgynevezett kalcinálás, mely során újból anhidrid keletkezik a gipszből (Czető és Pákozdi). A folyamat hatására a kémiailag kötött víz vízgőz formájában fokozatosan távozik a kötőanyagból (www.rigips.hu), melynek hatására az szétesik, elporlad, (Czető és Pákozdi) ami miatt az adott kőzetmag már nem lenne képes ellátni a feladatát.



7. ábra: Fúrómagból visszamaradt héjszerkezet

6. Mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállításának módszertana

A reprodukálni kívánt kőzetmagok a természetes fúrómagokból kialakított homokkő minták, amelyek egy a medence feltöltődés során keletkezett finomszemcsés kvarcdús összetételű rezervoárból származnak. Ezek jellemzően 1900 – 2200 m (6233 ft - 7218 ft) mélységből kerültek kiemelésre. Az ilyen jellegű minták kőzetfizikai paramétereinek a meghatározása több évtizedes múltra nyúlik vissza a Miskolci Egyetem, Alkalmazott Ígv Földtudományi Kutatóintézetében. а kőzetmag-adatok feldolgozásából megállapíthatóak a szénhidrogén tárolóra jellemző petrofizikai paraméterek, illetve azok minimum és maximum értékei. Az adatbázisban szereplő több mint ezer darab mintatest 78,71%-a esik a 20-32%-os sávba a porozitás értékek alapján. Az abszolút áteresztőképesség szempontjából több nagyságrendű értéktartományban vannak jelen ezek kőzetmagok, így ezen tulajdonságoknak való megfelelés a minél szélesebb tartományban való elérhetőségét kell, hogy jelentse a technológiai eljárásban.

A rendelkezésre álló rezervoár és nem rezervoár alapú kőzetalapanyagot különböző szitasíkok segítségével frakciókra kell bontani. Ez a rezervoár alapú kőzetalapanyagok használata esetén az eljárás első lépéseként a már másra nem alkalmas fúrómagok összetörésével és az alkotó szemcsékre történő dezintegrálása történik. Az így keletkező alapanyag adja a mesterségesen konszolidált kőzetmagok vázanyagát. Ebből ki kell mérni a rezervoár kőzetre jellemző szemcseméret eloszlás szerinti homokmennyiséget vagy a nem rezervoár alapú alapanyagoknál az előre meghatározott mennyisége(ke)t az adott frakcióból. Ezt követően hozzáadjuk a megfelelő mennyiségű cementet, aminek aránya a homokhoz viszonyítva változó, és függ a felhasznált vázszerkezet alapanyagául szolgáló szemcsék méretétől. Ennek megfelelően változik a kőzetmassza előállításához szükséges vízmennyiség is. A nem rezervoár alapú vázanyagból felépülő minták esetében a homokcement arány változatlan maradt, azonban a hozzáadott víz mennyisége a homokszemcsék nagyságától függően változott. A három összetevő (homok-víz-cement) alapos összekeverésével egy összesen 220,0-225,0 g tömegű homogenizált kőzetmasszát kapunk, melyet egyenletes tömörítéssel a hengeres formába tölthető. Ez egy erre alkalmas Marshall tömörítő elvén működő eszköz segítségével végezhető el. Annak érdekében, hogy a kompakció mértéke egyenletes legyen a kőzetmassza betöltésekor a teljes kőzetmasszát hét egyenlő részre kell osztani. Ezeket az adagokat a saját fejlesztésű kompakciós berendezésen elhelyezett ejtősúly (2,85 kg) préseli össze. Az első adag kőzetmassza formába helyezését követően egy 11,5 cm hosszúságú rúdacél kerül a formába, aminek a teteje 13 cm-re van az ejtősúly aljától. A második adag betöltését követően már csak egy 10,0 cm hosszúságú rúdacélra van szükség, hogy annak teteje ugyanolyan távolságra legyen az ejtősúly aljától, mint ahogy az az első esetben is volt. Tehát a cella feltöltése közben egyre rövidebb rúdacél darabok (nyomó pogácsák) szükségesek. Így, egy meghatározott ismétlési szám mellett biztosítható a betöltött kőzetmassza mennyiségének az egyenletes tömöríttetsége. Fontos feltétel, hogy a tömörítési/döngölési síkok felszínét fel kell sérteni annak érdekében, hogy ezek mentén az egyes darabok ne váljanak el egymástól az előállítási folyamat végén. A formába töltött és tömörített keveréket a kötési idő alatt különböző mértékű nyomáson és/vagy hőmérsékleten kell tartani. Ez azért is fontos, mivel a természetes rezervoár kőzetek diagenezise a mélyben zajlik, esetenként több ezer méter mélyen a felszín alatt, tehát mindez nagynyomáson és nagy hőmérsékleten történhet.

6.1 Mesterségesen konszolidált kőzetmagok utókezelése

Az előállított mintatestek kötési ideje általában 24 óra. Ezt követően az alkalmazott nyomás fokozatosan leengedésre kerül a teljes rendszerről. Mindez a természetes kőzetmagok felszín alóli felhozásakor (magvétel) fellépő hirtelen nyomásesést is imitálhatja, így mind jobban közelítve az adott rezervoárból származó kőzetmintákat. A megfelelő stabilitás érdekében a mintatestek egy részét egy páradús környezetet biztosító kamrában pihentettem, ahol a relatív páratartalom (RH) meghaladta a 98%-ot, és a hőmérséklet a legtöbb esetben 45 °C (113 °F) \pm 1 °C (1,798 °F) volt. A mesterségesen konszolidált kőzetmagok egy másik csoportjánál az alkalmazott utókezelés során CO₂ dús környezet vette azokat körül, változatlan hőmérséklet mellett. Az utókezelés minden esetben 14 nap volt. A rutin mérésekhez szükséges geometria kialakításra csak ezután következhetett. Ennek során a minták végleges méretre vágására kerül sor. Erre azért van szükség, hogy a mérőműszerek mintabefogóiba tökéletesen illeszkedjenek, ami elengedhetetlen a mérések kellő pontosságú kivitelezéséhez. Kezdetben, a mintatestek megfelelő átmérőre való szabályozását is meg kellett tenni az előállítása sajátosságok miatt, azonban a technológia előbbiekben leírt alkalmazásával már erre nincs szükség, mivel az átmerők közötti eltérés elhanyagolható.

Az utókezelésen átesett minták gyártási, avagy nyers hossza viszont az alkalmazott nyomástól függően változik. A nyers hossz ennek megfelelően 10,5 cm (4,13 in) \pm 1 cm (0,39 in) közötti. A petrofizikai paraméterek megállapításához viszont a 6,98 cm (2,75 in) \pm 0,1 cm (0,039 in) hosszúságú mintákra van szükség. A végelés során így egy körülbelül 3-4 cm hosszúságú kőzettöbblet kerül levágásra, amelynek kétharmada a kőzetmag aljáról és a maradék egyharmada a kőzetmag tetejéről kerül eltávolításra. A gyémánt borítású kőzetvágógéppel levégelt 3,81 cm (1,5 in) \pm 0,15 mm átmérőjű (0,059 in) és 6,98 cm (2,75 in) \pm 0,1 cm (0,039 in) hosszúságú minták geometriailag alkalmasak a kőzetfizikai paraméterek megállapításához. A mintákat végül szárítószekrényben körülbelül 100 °C-on (212 °F) – általában 48 órán át - súlyállandóságig szárítottam. A kialakult eljárás műveleti sorrendje a 8. ábrán látható.



8. ábra: Mesterségesen konszolidált homokkő mintatestek előállításának sematikus folyamat ábrája.

7. A petrofizikai paraméterek meghatározására szolgáló módszerek

A kőzetmagokon alapuló kiszűrődés-vizsgálatoknál a mérés alapja az összehasonlítás, amelyhez feltétlen szükséges, hogy a hasonló petrofizikai paraméterekkel rendelkező mintatestek megfelelő mennyiségben álljanak rendelkezésre. A kőzetmagok legfontosabb kőzetfizikai tulajdonságai a porozitás, és a különböző áteresztőképességek mellett a pórusméret eloszlás. Ezeket az alapvető petrofizikai paramétereket különböző mérésekkel lehet megállapítani, melyekhez szükséges ismertetni az alapparaméterek fogalmát és mérési elveket. Ezekből a jellemzően abszolút mérésekből elsősorban a porozitás és permeabilitás (együttesen poroperm) mérések eredményei alapján van csak lehetőség a mintatatestek kiválasztására és ezekből az egyes kőzetcsoportok kialakítására.

Egy tárolókőzet vagy kőzetmagminta porozitásán a pórusterének arányát értjük a teljes térfogathoz viszonyítva, ahol telítettségnek a fluidumok pórustérben elfoglalt részarányát tekintjük.

Az áteresztőképesség a kőzet adott folyadékáramlásával szemben tanúsított viselkedése, ahol minél nagyobb a kapott érték, a kőzet annál inkább áteresztő. Ezt a tulajdonságot a porózus kőzetekben történő fluidum áramlását leíró Darcy egyenlet tartalmazza, melynek mértékegysége Darcy (D), de a szénhidrogéniparban a milli-Darcy (mD) értékek a gyakoriak. Az egy 1 Darcy egységnyi áteresztőképesség nagyjából 1* 10⁻¹² m²-nek felel meg, mivel leginkább ez az érték egy ekvivalens áramlási keresztmetszetnek feleltethető meg. A porozitás és a permeabilitás összefüggenek ugyan, de a szakirodalmi anyagokból leginkább az derül ki, hogy bár korrelációt mutatnak, de nincsen általánosan elfogadható formula a két paraméter keresztbecslésére. Az alkalmazható tapasztalati képletek jellemzően tároló és kőzetanyag specifikusak, és még inkább igazolja ezeknek a paramétereknek a mérésekkel történő meghatározását (Ma és Morrow, 1996; Pittman E. 1992). Továbbá a mérések nélkül tapasztalati képlet sem képezhető. Az olajipari mérésekhez kapcsolódó vizsgálatoknál gyakran nem a teljes, hanem az effektív porozitást tekintik hasznos paraméternek, mivel az áramlás csak az összeköttetésben lévő zónákban jöhet létre, és ha gyakorlatiasan szemléljük, akkor is csak az a rész a preferált egy pórustérben, amelyben a szénhidrogéneket alkotó molekulák is képesek áthaladni. Ebből kifolyólag a permeabilitás is lehet abszolút, amely kvalitatív analízisben segít, illetve effektív, amely egy olyan folyadékkal szemben mért áteresztőképességet jelöl, amelyre érvényesek a nedvesítés és kapillaritás fogalmai. Ezek alapján a mintatestek kiválasztási kritériumainál elsődleges az abszolút és effektív permeabilitás értékekre támaszkodtam.

A relatív permeabilitás akkor áll elő, ha a kőzetmag/tároló pórusterében egynél több folyadék van jelen, ilyenkor a relatív áteresztőképesség az aktuális permeabilitás és az abszolút permeabilitás aránya. A tárolóban pedig jellemzően olaj, gáz és víz is áramlik, ezért ez a paraméter áramlási szempontból kulcsfontosságú, noha ez mérhető a legnehezebben.

Ahhoz hogy áramlási szempontból hasonló kőzetanyagok jöjjönek létre, fontosak még a nedvesítés és a kapilláris tulajdonságok. A nedvesítés, a kohéziós erők, és a gravitáció összegéből adódik, mivel a pórusok átlagos mérete kapilláris tartományba esik, a tárolóban lévő folyadékok esetében ezért a kapillaritás jelensége figyelhető meg. Ezt a gyakorlatban a folyadékok belső nyomása közti különbségnek nevezzük, innen ered a kapillaritás, mint kapilláris nyomás értelmezése. Ez szintén gyakorlati szempontból fontos, mivel ez az összefüggés adja meg, hogy mekkora nyomásviszonyok kellenek a telítettség változtatásához, ami alapvető célja egy termelési folyamatnak és kulcsfontosságú szerepet játszik elárasztásos műveléseknél is.
Ha a kőzet és a folyadék együttes hatását szeretnénk vizsgálni, két további paraméter csoportra van szükség a földalatti áramlástani hasonlóság eléréséhez. Az egyik a kőzet pórusszerkezetének analízise, mely során fontos adat lehet a pórus és a szemcseméret eloszlás. Fontos kiemelni, hogy ezeket mérésből csak nagyon közvetett módon lehet meghatározni, így leginkább összehasonlításban játszanak fontos szerepet, nem abszolút értelemben. A másik ilyen paramétercsoport a folyadék tulajdonságai, a viszkozitás és a sűrűség. A felszíni körülmények között az olaj gázbeoldó képessége sokkal rosszabb, de szükséges tisztítani és felszíni körülmények között mérni, így folyadékból olyan modellolajat kell használni, amelynek épp a viszkozitás és sűrűség értékei hasonlóak felszíni állapotban a természetes kőolaj tárolóállapotához.

7.1 Héliumos porozitás mérés

A héliumos porozimetria alapja a piknometria, ami anyagok sűrűségének megállapítására szolgáló mérési eljárás, melyet az olajipar vett át, és alakított porozimetriává. A piknometria alapelve az ismert PVT tulajdonságú rendszer gázexpanziós mérésén alapul, melynek végeredménye, az a térfogatmennyiség amennyi helyet "elfoglal" a mintatest az ismert térfogatú rendszerből. Természetesen az anyag száraz tömegének ismeretében és ennek a szilárd térfogatnak az ismeretében (ami csak az anyag szilárd része lehet, hiszen az effektív pórustér átjárható a hélium számára is) a szilárd testsűrűség számítható. Eredetileg ez a módszer folyadékokkal a legmegbízhatóbb (nincs pórustér), valamint porok esetében is kivételesen pontos, mivel a pórusok leginkább légrések, és összekötöttnek tekinthetőek. A módszer áthelyezhető petrofizikai környezetbe is, hiszen ha a mintatest teljes térfogata ismert, a szilárd térfogata pedig számítható, akkor indirekt módon ugyan, de az effektív porozitás egyszerűen meghatározható. Természetesen minden mérésnek van pontatlansága, de az eredeti végeredményt, azaz a szilárd testsűrűséget kihasználva a mérés hibája nyomon követhető, és a maximális megengedett sűrűség eltérés is kiköthető. Fontos megjegyezni, hogy a műszer által a kőzetmagokon mért szilárd térfogatból számolt porozitás mindig az effektív porozitás, valamint, hogy a pontossági (check-back) értéknek használt sűrűség nem teljesen szilárd testsűrűség, mivel lényegében ez a minta kőzettömegének és a nem összekötött pórusok, valamint azok tartalmának összege.

A megfelelő geometriai formára kialakított és kiszárított hengeres mintatestek geometriai paramétereit digitális tolómérővel mértem. A mintatestek hosszát és átmérőjét, legalább öt különböző helyen rögzítettem az API ajánlásának megfelelően (API RP 40). Mivel minden esetben csak kismértékű eltérést tapasztaltam a hossz és az átmérő mérési eredményei között, így a további számításoknál a mért értékek átlagát használtam.

A héliumos porozitásmérést, valamint a kőzetmátrix (szilárdanyag) térfogatának meghatározását Quantachrome Ultrapyc 1200eTM típusú multipiknométerrel végeztem el (9. ábra). A héliumos poroziméter a szilárd vagy por alakú minták mátrixsűrűségének (vázalkotó szemcsék és kötőanyag sűrűségének), illetve mátrixtérfogatának (szilárdanyag térfogatának) mérésére szolgál.



9. ábra: Quantachrome gyártmányú, Ultrapyc 1200e típusú multipiknométer

A mérés során egy pontosan ismert térfogatú referencia cellát (V_R) egy adott nyomásig (p_1) feltöltöttünk hélium gázzal, majd a referencia cellát egy szelep megnyitásával egy ugyancsak pontosan ismert térfogatú magtartó kamrába (V_C) expandáltatjuk, és mérjük az összenyitott cellákban kialakuló nyomást (p_2). A mérendő por vagy szilárd minta a V_C térfogatú cellába van behelyezve. A mérési eljárás a Boyle-törvényt valamint az ideális gázok állapotegyenletét alkalmazza a térfogat meghatározására, ahol a mintatesteket tartalmazó cella állapotát p_a légköri nyomáson és T_a laborhőmérsékleten a következőképpen írhatjuk fel.

$$p_a \cdot (V_C - V_S) = n_a \cdot R \cdot T_a$$

ahol

n _a	a ($V_C - V_S$) cellatérfogatot kitöltő gáz mólszáma,
Vs	a kőzetmag szilárdanyagának térfogata (cm ³),
R	az univerzális gázállandó,
Ta	a laborhőmérséklet (°C),
pa	a laboratórium normál (légköri) nyomása (bar).

Amikor a pontosan ismert V_R referencia-térfogatot héliumgázzal töltjük fel (megközelítőleg 1,24 bar (18 psi) nyomásig), akkor ebben a cellában lévő gázra felírhatjuk az alábbi összefüggést:

$$p_1 \cdot V_R = n_1 \cdot R \cdot T_a$$

ahol p1 a referencia cellában mért túlnyomás (MPa),

n₁ **V**_R térfogató referencia cellában lévő gáz mólszáma.

Ha a magmintát tartalmazó cellát és a referencia cellát összenyitjuk, akkor a kezdeti nagyobb p_1 nyomás egy kis idő elteltével kisebb, p_2 értékre csökken, így az összenyitott cellákra felírható az alábbi egyenlet:

$$\mathbf{p}_{2} \cdot \left(\mathbf{V}_{\mathrm{C}} - \mathbf{V}_{\mathrm{S}} + \mathbf{V}_{\mathrm{R}} \right) = \mathbf{n}_{\mathrm{a}} \cdot \mathbf{R} \cdot \mathbf{T}_{\mathrm{a}} + \mathbf{n}_{1} \cdot \mathbf{R} \cdot \mathbf{T}_{\mathrm{a}}$$
(1)

Az (1) egyenletben szereplő $n_a RT_a$, illetve $n_1 RT_a$ helyére behelyettesítve a $p_a(V_C-V_S)$, illetve p_1V_R tényezőt, és az egyenletet átrendezve megkapjuk az alábbi összefüggést:

$$V_{\rm C} - V_{\rm S} = \frac{(p_1 - p_2)}{(p_2 - p_{\rm a})} \cdot V_{\rm R}$$

A mérés során a mérőműszer digitális kijelzőjén a p_a-t nullának kell beállítani, így a (1) egyenlet az alábbi formára egyszerűsödik, azaz a mintatartóban lévő kőzetminta V_s szilárd anyag térfogata meghatározható

$$\mathbf{V}_{\mathrm{S}} = \mathbf{V}_{\mathrm{C}} - \mathbf{V}_{\mathrm{R}} \left[\left(\frac{\mathbf{p}_{1}}{\mathbf{p}_{2}} \right) - 1 \right].$$

Az eredményül kapott szilárd anyag térfogatából (Vs) és egy precíziós mérleg segítségével mért kőzetmag száraz tömegéből ($\mathbf{m}_{száraz}$), kiszámítható a kőzetminta szilárd anyagának sűrűsége, az úgynevezett mátrixsűrűsége ($\rho_{mátrix}$), az alábbiak szerint:

$$\rho_{matrix} = \frac{m_{sz \acute{a} raz}}{V_S} \,,$$

A rendelkezésre álló geometriai adatokból (átmérő, hossz) számított, teljes térfogat (Vteljes) ismeretében a kőzetminta úgynevezett hélium porozitása a következő egyenlet segítségével határozható meg:

$$\phi_{He} = \frac{V_{teljes} - V_S}{V_{teljes}} \cdot 100 \quad \%$$

Az ismételt mérések alkalmával kapott eredmények kevesebb, mint 0,01%-os eltérést mutattak.

7.2 Porozitás mérés higanybesajtolásos módszerrel

A héliumos porozimetria indirekt mérésnek számít, mivel a kapott eredményekből csak egy számított érték a pórustérfogat. Ezzel szemben a higanybesajtolásos porozimetria azaz a MICP mérés (Mercury Injection Capillary Pressure) egy direkt módszernek számít. Ezen a ponton a mérés angol és magyar neve közötti különbséget tisztázni érdemes. A magyar szaknyelvbe alapvetően porozitás mérésként került be ez a mérési eljárás, azonban az angol terminológia kapilláris nyomás mérési eljárásként azonosítja.

A mérés során ugyanis a mintába kerülő higany mennyisége, valamint a nyomás kerül mérésre, ráadásul nyomáslépcsőkben, így porozitás, pórus- és szemcseméret-eloszlás, valamint kapilláris nyomás értékek is kinyerhetőek a mérésből.

Az eszköz egy kisnyomású (Pascal 140) és egy nagynyomású egységből (Pascal440) áll, és a kis téglatest alakú minta egy úgynevezett dilatométerben kerül telítésre, majd a besajtoláshoz szükséges nyomás értékek kerülnek mérésre (10. ábra). A térfogatmérés a higany vezetőképességén alapul, ahol a dilatométer egyúttal egy kondenzátor is, és a kapacitás csökkenése a higany, azaz a másik armatúra "fogyásával", tehát a kőzetbe történő bejutásával feleltethető meg (11. ábra).



10. ábra: Higanyos poroziméter kis- és nagynyomású egységei; ThermoFisher gyártmányú Pascal 140 és 440

A kis- és nagynyomású rész kettéválasztása mindenképpen szükséges, ugyanis kisnyomáson a mintába rekedt levegőnek minél nagyobb hányadban távoznia kell. A követőanyag szerepét a nagynyomású egységben már a hidraulikai olaj váltja fel. A mintába csak a minden irányból belépő higany mennyisége ismert, így a módszer permeabilitás mérésre nem alkalmas.



11. ábra: Dilatométer cella, fém armatúrával, fegyverzettel

A mérést a magyar gyakorlat azért "csak" a porozitással kapcsolatosan nevezte el, mivel a többi mérési eredmény egyértelműen közvetett. A kapilláris nyomást alapvetően higanylevegő, majd higany-olaj rendszerben méri a műszer és ezt korrigálja, konvertálja a kiértékelő program olaj-víz rendszerré.

A pórusméret eloszlás tekintetében az egyes nyomáslépcsőknél a kapillaritás egyenletét az ekvivalens sugárra átrendezve oldja meg a program, így megtudható, hogy az adott nyomáslépcsőben mekkora átmérőjű pórusok kerültek elárasztásra (12. ábra). Ez egy egyszeresen közvetett információ, és nem számol a szűkületek utáni nagyobb pórusok lehetőségével, így rezervoár szempontból nem ad pontos képet a pórustér struktúrájáról, de összehasonlításhoz megfelelő. A másik közvetetten számítható érték a szemcseméret eloszlás, ezt azonban a pórusméretekből kétszeresen közvetetten számítja a program. Az ekvivalens pórusátmérőkből meghatározva az ideális pórustérfogat nagyságát, a tömörülési modell ismeretében meghatározhatóak az ideális szemcsék sugarai is. Ez a módszer azonban például nem mutatja meg, hogy a nagy pórusok falát nagy szemcsék alkotják, vagy esetleg több kisebb szemcse. A másik körülmény, amely sokat változtathat az eredményeken, a maximális telítési nyomás megfelelő beállítása. Az eszköz maximum 4000 bar (58.015 psi) nyomásig tudja nyomás alá helyezni a cellát, azonban ez rezervoármechanikai szempontból irreálisan nagynyomás lehet, így ajánlott a lehetséges tárolókörülményeknek megfelelő nyomásra állítani a mérőműszert. A jelen kutatásban az ilyen irányú célkitűzés azonban a pórustér teljes egészének a lehető legjobban történő megismerése volt, így ennek megfelelően a lehető legnagyobb nyomásértékig működtettük a Pascal 440-et.



12. ábra: A higanybesajtolásos módszerrel kapott pórusméret eloszlás

7.3 A kőzetminták permeabilitásának meghatározása

A folyadékok porózus közegben történő áramlását, azaz áteresztőképességet Henry Darcy határozta meg. Ez a paraméter egyfajta áramlási "jóságként" is definiálható, amely érték kifejezhető a kőzet tulajdonsága az adott folyadéktípus áramlásával szemben. Vizsgálatai során ezt a paramétert, mint egyenes arányosságot helyezte a földalatti áramlástan alapvető képletébe, megalkotva ezzel a ma ismert Darcy egyenletet. Mivel ez az egyenlet arra szolgál, hogy minden áramlást befolyásoló tényező esetében meghatározható legyen a térfogatáram, a módszer visszafelé is igaz, azaz kontrollált körülmények között előállítható olyan eset, amikor a permeabilitás az egyetlen ismeretlen, ezáltal az mérhetővé válik. Az általános Darcy egyenleteknek számos alkalmazhatósági feltétele van: a kőzet homogén, teljes egészében telítve van a vizsgált fluidummal, állandósult lamináris áramlás uralkodik a mintában, mely csak a be- és kilépési keresztmetszeten át áramlik. A folyamat izoterm, azaz a hőmérséklet a mérés során állandó. A hőmérséklet mellett a viszkozitásnak is állandónak kell lennie, és csak Newtoni folyadékok esetében igaz az egyenlet. Az áramlás egyfázisú eseteiben is megkülönböztetünk kétféle mérési módszert, az összenyomh atatlan folyadékkal és a gázzal szembeni áteresztőképesség mérését. Ez egyik esetben lehet sóoldat, desztillált víz, mesterséges vagy szűrt rétegvíz, a másik esetben pedig nitrogén vagy levegő. Ezen kívül a folyadéknak és/vagy a nitrogén gáznak inertnek kell lennie kémiailag.

A kőzetmagok előkészítése, és mintatartóinak kialakítása, valamint a mérés elv is igen hasonló az áramló közegtől függetlenül. A teljes magszelvényekből kialakított kőzetmag minták kémiai tisztításon (extracháláson) valamint egy szárítási folyamaton esnek át. A mintát a mérés előtt a méréshez használt folyadékkal telíteni kell, amely folyadékok esetében vákuum-kamrában súlyállandósulásig történik, gázok esetében pedig előszellőztetéssel, ahol a levegő helyét a nitrogén veszi át. A mintát ezután olyan tartóba kell helyezni, amely megakadályozza a palást menti áramlást és egyenletesen eloszlatja a belépési és kilépési pontokban az áramlást. Ehhez az úgynevezett Hassler típusú mérőcella használható (13. ábra).



13. ábra: Hassler típusú kőzetmag befogó cella *(Forrás: www.vindum.com)*

A cella végdugóiba áramláseloszlató felületet martak és a végdugók egy gumiköpennyel együtt rögzülnek a magmintára, biztosítva ezzel, hogy áramlás csakis a mintán belül a belépési-kilépési keresztmetszet irányában történjen (14. ábra). A gumiköpenyre víznyomáson keresztül úgy nevezett köpenynyomás ad le erőt, méghozzá úgy, hogy a köpeny teljes felületét a kőzethez nyomja, így biztosítva a szigetelést a palást mentén. Ennek értéke 10-15 bar-ral (145,03-217,55 psi) több, mint a maximális mérési nyomás.



14. ábra: Hassler cella magbefogójának keresztmetszeti ábrája (Forrás: API-40; Recommended Practices for Core Analysis)

A vizsgálatok során olyan mérési elrendezés kialakítása szükséges, amely a Darcyegyenletben lévő paraméterek szempontjából kontrolláltak és mérhetőek. Ilyen a mérés megkezdése előtt feljegyzett geometriai adatok, valamint a labornyomás és hőmérséklet. Továbbá, az áramló közeg viszkozitása is mérhető, számítható. A szabadkifolyású rendszerben történő mérések esetén a kőzetmag két végén mért differenciális nyomás értéke egyenlő az indító nyomás és a végponti nyomás különbségével, mely utóbbi a barometrikus nyomásnak felel meg. A mintatesten átáramló közeg térfogatáramának pontos meghatározásához térfogat- és/vagy súlymérő eszköz szükség. Továbbá szükséges az adott mérőeszközből kapott térfogat- és/vagy tömegadatok meghatározott időközönkénti regisztrálása.

7.3.1 A gázpermeabilitás mérés leírása

A nitrogén gázzal mért, azaz abszolút permeabilitás meghatározásához egy speciális térfogatáram mérő eszköz, úgynevezett rotaméter szükséges. A rotaméter felfelé szélesedő kör keresztmetszetű, skálabeosztással ellátott általában üvegből vagy műanyagból készült mérőeszköz, amelyben egy lebegőtest található. Az abszolút permeabilitás méréséhez használt nitrogén gáz a csőben alulról felfelé áramlik, melynek hatására az úszó felemelkedik. Ennek az emelkedésnek a mértéke függ a térfogatáramtól. A növekedő térfogatáram mellett kialakult erőviszonyok egyre magasabbra juttatják az lebegőtestet (15. ábra).



15. ábra: Rotaméter, és sematikus működési elve

A mérés során a térfogatáram-fokozatokat úgy kell megválasztani, hogy elegendő adatpont álljon rendelkezésre a kiértékelés során. A skálázott rotaméternek van egy állandója, ami fizikai méretével függ össze, aminek osztása általában liter/óra. A leolvasott értékeket át kell számítani cm³/s-ba.

A számításokhoz a gázáramlásra érvényes, módosított Darcy-egyenlet alábbiak szerinti átrendezett alakját alkalmaztuk:

$$k_{g} = \frac{q_{ga}p_{a}\mu_{g}L}{A} \cdot \frac{2}{p_{1}^{2} - p_{a}^{2}} \cdot \frac{1000}{0.9869}$$
 [mD]

ahol k_g kőzetminta adott nyomáskülönbségnél mért permeabilitása, (mD);

 q_{ga} gáz mért térfogatárama a kilépési nyomáson, (cm³/s);

- pa gázáramlás kilépő nyomása (normál légköri nyomás), (atm);
- μ_g nitrogén viszkozitása, mérés átlag nyomásán és hőmérsékletén, (cP, illetve mPa.s);
- L kőzetminta hossza (cm);
- A kőzetminta, a gáz áramlási irányára merőleges, keresztmetszete, (cm²);
- p1 gáz mért belépő nyomása, (atm).

Az egyes Δp nyomáskülönbségeknél mért k_g légpermeabilitás értékeket a mérés átlagnyomásának reciproka $1/p_{av}$ függvényében ábrázolva, a kapott pontokra lineáris regressziót alkalmazunk a legkisebb négyzetek módszerével. Ez a gyakorlatban a legjobb illeszkedésű "best fit" egyenes szerkesztését jelenti. Ennek parametrikus fomája az alábbi (2) számmal jelzett összefüggés. Az összefüggés segítségével meghatározható a vizsgált kőzetminta (kőzetdugó) úgynevezett abszolút (Klinkenberg) gázpermeabilitása, illetve meghatározhatók a kőzetminta gázpermeabilitásának jellemzésére használható Klinkenbergféle összefüggés (k_{abs}. b) állandói is.

$$k_{g} = k_{abs} \left(1 + \frac{b}{p_{av}} \right) = k_{abs} + k_{abs} b \frac{1}{p_{av}} = k_{abs} + m \frac{1}{p_{av}}$$
(2)

b Klinkenberg-állandó (1/atm), (1 bar);

 p_{av} gázpermeabilitás mérés átlagnyomása (p_1+p_a)/2, (atm, bar).

- k_g mért gáz-, illetve légpermeabilitás, (mD);
- m egyenes meredeksége (iránytangense), (mD atm), (mD bar).

A mérések során nem minden esetben teljesülnek a (3) Klinkenberg-egyenlet levezetéséhez használt Darcy-törvény feltételei. Ekkor a létrejövő gázáram sebessége túl nagy, ezért a fluidumáram lamináris helyett turbulenssé válik. Ilyen esetekben az úgynevezett átlagos gázpermeabilitás kiszámításához egy általánosabb matematikai formula használatos, amely a mérés során alkalmazott teljes nyomástartományra alkalmazható. A tartomány alsó részén, kis áteresztőképességek esetében rotaméter helyett lehet használni szappanfilmes áramlásmérőt is, mely kis gázáramok mérésére alkalmas. Ez a módszer csak a teljesség igényével került megemlítésre, a mesterségesen konszolidált kőzetmagok vizsgálatánál nem volt szükséges alkalmazni ezt a mérési módszert.

Az általam fejlesztett eljárásban lehetőség nyílik a gázzal mért permeabilitás meghatározására az utókezelés ideje alatt is. Az erre alkalmas eszköz a Core Lab PPP-250 hordozható permeaméter. Ez a komplett mérőműszer egy megbízható módszert biztosít a gázzal (elsősorban levegővel) mért permeabilitás gyors meghatározására terepen és laboratóriumban egyaránt. Az eszköz nagy előnye egyrészt az, hogy a mintákat nem szükséges semmilyen különösebb módszer alapján előkészíteni, másrészt a többszöri ismétlő mérések is csupán elhanyagolható különbséget mutatnak az áteresztőképesség értékeket illetően. A felhasználói oldalról további könnyebbséget jelent, hogy a mérés kiértékelését a mérőeszközhöz tartozó tabletra telepített szoftver a mérés befejezését követő néhány másodpercen belül elvégzi. Az áteresztőképesség kiértékelésének folyamatát a gyártó nem ismerteti, annak módszere a nyomáscsökkenés és idő függvényében kapott adatok alapján kerül meghatározásra. A mérés folyamatának első lépéseként a mérőszonda végét a kőzetmaghoz kell nyomni. Érdemes a vizsgált mintatestet az erre a célra kialakított tartóba helyezni, ezzel biztosítva a mérőszonda helyét a kőzetmag felszínén a mérés teljes ideje alatt (16. ábra). Az API ajánláson alapuló módszerrel ellentétben nem használtam Hassler típusú befogót, így a mérés ideje nagy áteresztőképességű kőzetmagok esetében néhány másodperc volt, míg tömöttebb homokkő mintákon legfeljebb 60 másodpercet vett igénybe a mérés. Ez idő alatt a kezdeti nyomás 2,41 barról (35 psi) általában barometrikus nyomásig csökkent. A mérés automatikusan elindul, amint a mérőszondán elhelyezett szelep nyitott állásba kerül.



16. ábra: Hordozható permeaméter; Corelab PPP-250

7.3.2 Vizes (effektív) áteresztőképesség mérés

Az abszolút permeabilitás méréshez hasonlóan az effektív mérés is a kőzetmagok fizikai paramétereinek rögzítésével és a mintatestek előkészítésével történik. Ennek során a mintákat telíteni szükséges súlyállandósulásig. A nitrogénes átszellőztetés analógiájára itt a rendszert egy olyan folyadékkal kell feltölteni, amely a mérés során is felhasználásra fog kerülni. A mérési kör elején, illetve végén nem gázpalack és rotaméter van, hanem egy nyomásfokozó vízpumpa, és a kivezetésnél egy mérőhenger stopperórával van elhelyezve, vagy egy digitális mérleg adatgyűjtési opcióval.

A mérés során az összenyomhatatlan folyadékokra érvényes Darcy egyenlet minden szükséges paramétere ismert.

$$k_{\rm w} = \frac{1000}{0.9869} \cdot \frac{q_{\rm w} \, \mu_{\rm w} \, L}{A \, \Delta p}$$

ahol

k_w

vízzel mért permeabilitás, (mD),

- A kőzetmintának az áramlási vonalakra merőlegesen mért keresztmetszete (cm²),
- L kőzet minta hossza, (cm),
- Δp nyomáskülönbség, (bar) (a kilépési nyomás egyenlő a légköri nyomással),
- q_w víz áramlási sebessége a kilépési ponton, (cm³/s),
- μ_w víz dinamikai viszkozitása, (cP; mPa.s),

A térfogatáramot az egyenlő térfogatok kiáramlásához eltelt idők alapján, vagy az időbélyeggel ellátott tárázott súlyadatok alapján lehet kiszámolni. A mérés során a kőzetmagon átáramoltatott sós rétegvíz nyomását, azaz a belépési és kilépési oldalak közötti nyomáskülönbséget egy nagy pontosságú differenciális nyomástávadóval mértem, ahol a kilépő oldali nyomás szabad kifolyású volt, azaz ezen nyomásérték megegyezett a barometrikus nyomással.

Az automatizált mérés részeként a térfogatáram előre meghatározható és változtatható volt a Teledyne Isco Syringe pumpán keresztül. Azonban a szoftveresen támogatott mérés ideje alatt az átáramlott folyadék mennyiségének még pontosabb mérésére is lehetőségem adódott oly módon, hogy a kifolyócső alá helyezett edény egy precíziós mérlegre került, így ezeket a tömeg adatokat egy adatgyűjtő kártya segítségével rögzítettem 60 másodpercenként. A labor hőmérsékletét is feljegyeztem annak érdekében, hogy az átáramoltatott folyadék viszkozitásának hőmérséklet függését is figyelembe lehessen venni. A kísérletek során az erre a célra használt folyadék összetétele a 2. táblázat szerinti volt, amely egy szintetikus rétegvízként is értelmezhető.

Magnavaráa	Mennyiség		
Wiegnevezes	(g/l)		
NaCl	0,5		
NaHCO ₃	2,6		
CH ₃ COONa	1,6		
Összesen	4,7		

2. táblázat: A szintetikus rétegvíz összetétele

7.3.3 Relatív permeabilititás görbék meghatározása kőzetcentrifugás módszerrel

A relatív áteresztőképesség meghatározásához a kőzetmag mintában uralkodó telítettség-viszonyok ismerete szükséges. Amennyiben ismerjük a végponti nyomást és a mintából távozó fázisok mennyiségét, úgy mind a kapilláris nyomás görbe, mind a relatív áteresztőképesség görbe-pár előállítható. A relatív permeabilitás méréseknek két típusa van, melyek közt a lényeges különbséget a görbe-pár pontjainak létrejötte jelenti. Az egyik esetben bizonyos telítettségek esetében kerül meghatározásra mindkét fázis relatív

permeabilitása, a másik esetben pedig változó telítettség esetén, görbénként állítja elő a mérési elrendezés az értékeket. Ez utóbbi metódusnak felel meg a kőzetcentrifuga, amellyel a tervezett méréseket elvégeztem (17. ábra). Ennek megfelelően a centrifugával először lecsapolási irányban lehet mérni, azaz a teljesen víztelített minta elárasztása történik (modell)olajjal, majd a felszívási ágban a már tapadóvizet és olajat tartalmazó minta vizes elárasztása történik. Bizonyos esetekben a lecsapolási fázis előtt egy mintaérlelési folyamat zajlik le, amely a minta eredeti telítettség viszonyait hivatott volt előállítani. A mesterségesen konszolidált kőzetmagok alapvizsgálatainál azonban erre nem volt szükség.



17. ábra: Kőzetcentrifuga; Coretest URC-628

A mérés során a szükséges nyomást lépcsőkben, percenkénti fordulatszámhoz (Rotate Per Minute; RPM) kötve nyeri a rendszer a centrifugális erő jóvoltából. Egyszerre három mintatartó helyezkedik el egy forgó mozgást végző rotoron, benne a magmintával és egy skálázott üvegcsével, melyek relatív helye a folyadékgyűjtő üvegcséhez képest a tengely mentén felcserélhető (18. ábra). A forgómozgás következtében a forgás tengelyétől távolodó irányba kényszerül elmozdulni a nagyobb sűrűségű folyadék, azaz a lecsapolási esetben a közeli cellából a távoli üvegcsébe áramlik a nagyobb sűrűségű víz. Majd a felszívási ágnál a közeli üvegcséből a távoli cellába tud visszaáramolni a szintén nagyobb sűrűségű víz, így mindkét esetben kiszorítva ezzel a kisebb sűrűségű olajat a forgás középpontja felé. Az üvegcse folyadéktartalmát egy nagy felbontású szuper gyors kamera képfeldolgozása végzi.



18. ábra: Kőzetcentrifuga mintatartója

Egyszerre mindhárom minta mérhető, és az eszköz programja a nyomás és a telítettségek ismeretében megalkotja a kapilláris nyomás, valamint a relatív permeabilitás görbéket. Ezeket az eredményeket a mesterségesen konszolidált magok esetében normálni és korrigálni szükséges a tapadóvíz mennyiségéhez igazodva, mivel az esetleges repedések mentén a folyadék hamarabb távozhat a mintából, mint ahogy azt a szoftver érzékelné, valamint mindezen folyamatokban a spontán nedvesítési folyamatok is szerepet játszhatnak.

8. Kutatási eredmények bemutatása

8.1 Nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok és azok petrofizikai paraméterei

A mesterségesen konszolidált kőzetmagok porozitás és permeabilitás összefüggésének alapvető megismerése érdekében egy komplett mérési sort állítottam össze, ahol alapanyagnak a nem rezervoár kőzetalapanyagot választottam. Ez a típusú vázanyag gyakorlatilag korlátlan mennyiségben áll rendelkezésre, míg a rezervoár alapú homokból csak egy meghatározott mennyiség használható fel, amiből csak a mesterségesen konszolidált kőzetmagok általános előállítási sajátosságainak a megismerése után terveztem kőzetmagokat előállítani. A kőzetmagok vázszerkezetét különböző tartományból származó szemcsék adták. Ilyenek a 63-110, 110-150, és a 150-200 µm-es tartományba eső homokszemcsék, melyek szitasíkok segítségével kerültek elválasztásra. A mérési programot úgy terveztem meg, hogy a kötőanyag (cement) és a vázanyag (homokszemcsék) mennyisége változatlan maradt annak érdekében, hogy jobban összehasonlíthatóak legyenek a kapott petrofizikai paraméterek. Az előállítás során az alkalmazott nyomást változtattam, illetve az elkészítéshez szükséges víz mennyiségét. Mindegyik mintatest 24 órát töltött a nyomóprésben, illetve az utókezelés egy páradús (RH > 98%) környezetű kamrában történt 14 napon keresztül, laborhőmérsékleten (3. táblázat).

Összetétel és előállítási mód							
Homok (g)	178,80	178,80					
Cement (g)	30,00	30,00					
Víz (g)	13,19	13,19					
H: (C+V)	4,14	4,14					
C:V	2,27	2,27					
H:C	5,96	5,96					
Homok típus/frakciók (g)	Nem rezevoár	Nem rezevoár					
63 μm - 110 μm	100,00%	100,00%					
Alkalmazott nyomás (bar)	200	200					
Nyomás alatt (óra : perc)	24:00:00	24:00:00					
Labor hőmérséklet (°C)	~22	~22					
Marshall tömörítés	5x	5x					
Páraban (óra : perc)	~330:00	~330:00					

3.	táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülménye
	a szemceméret hatásainak vizsgálatához

A 63-110 µm-es tartományba eső homokszecsékből készített minták egy csoportja 13,19 g desztillált víz hozzáadásával készült, míg a másik csoporthoz tartozó mintatestekhez összesen 14,38 g vizet kevertem a cementhez.

A 19. bal oldali ábrán a 63-110 µm szemcsetartományba eső homokszemcsékből készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékeit ábrázoltam. Mint látható, a kisebb nyomás (200 bar) értékekhez tartozó abszolút áteresztőképességekben nem mutatkozik jelentős eltérés attól függően, hogy milyen mennyiségű desztillált víz került felhasználásra. A 300 és 400 bar nyomáson készült minták (citromsárga és lila adatpontok) esetében azonban megállapítható, hogy a kevesebb víz mennyisége kisebb áteresztőképességet eredményez. A kapott porozitás és permeabilitás értékeket logaritmikus skálán ábrázolva megfigyelhető (19. jobb oldali ábra), hogy a különböző nyomások szerint előállított mintatestek az alkalmazott nyomások alapján jól elkülöníthetők. A porozitás értékek 24,66 és 29,63% között változtak. A kőzetmintákat fizikailag stabil szerkezet jellemzi, így az előkészítés valamint a mérések is a rutin eljárás alapján történt.



 ábra: A 63-110 μm-es szemcsetartományból készült mintatestek permeabilitás értékei az alkalmazott nyomás függvényében (balra) és poroperm ábrája (jobbra)

A 63-110 µm-es homokfrakcióval készült mintákhoz hasonlóan a 110-150 µm-es szemcsetartományból is elkészültek az ilyen jellegű mesterségesen konszolidált kőzetmagok. A korábban bemutatott szemcsetartománynál felhasznált víz mennyiségét megváltoztattam, mert úgy tapasztaltam, hogy a 14,38 g víz már túlságosan híg kőzetmasszát eredményez, ami miatt nehezen lehetett volna kivitelezni a nyomócellába való betöltést. Így ezeknél a mintatesteknél 12,10 g illetve a korábbi mennyiségű 13,19 g desztillált vizet adtam a kötőanyaghoz. A permeabilitás értékek az előállítás során alkalmazott nyomás függvényében (20. bal oldali ábrán) kerülnek bemutatásra. A különböző mennyiségű víz felhasználása itt sem okozott jelentős mértékű áteresztőképesség változást, azonban ebben a

homokszemcse-tartományban az figyelhető meg, hogy a kevesebb mennyiségű víz, ha kismértékben is de nagyobb abszolút permeabiliást eredményezett. Ez a jelenség a korábban bemutatott kőzetmagokhoz hasonlatosan a 300 és 400 bar nyomással készült kövek esetében mutatható ki leginkább. А poroperm ábrán iól elkülönülnek az egyes nyomástartományokhoz tartozó mintatestek (20. jobb oldali ábra). A porozitás szempontjából több mint 10%-os csökkenés is elérhető a 200 bar-ról 400 bar-ra történő nyomásemeléssel, továbbá a permeabilitás változás is jelentősen befolyásolható az alkalmazott nyomással. Ebben a szemcseméret tartományban ez a minimum érték 170 mD volt, míg a legnagyobb áteresztőképesség 1412 mD értéken került meghatározásra.



20. ábra: A 110-150 μm-es szemcsetartományból készült mintatestek permeabilitás értékei az alkalmazott nyomás függvényében (balra) és poroperm ábrája (jobbra)

A 150-200 µm-es szemcsetartományból készült mintatestek előállításához szükséges vízmennyiséget tovább csökkentettem. A nagyobb vázszerkezetet alkotó szemcsékhez elegendő a kisebb mennyiségű víz ahhoz, hogy változatlan állagú kőzetösszlet álljon elő. Ezért ennél a szemcsetartománynál 12,10 és 11,10 g vízmennyiségeket adtam a cementhez.



21. ábra: A 150-200 μm-es szemcsetartományból készült mintatestek permeabilitás értékei az alkalmazott nyomás függvényében (balra) és poroperm ábrája (jobbra)

Ezekkel a víz mennyiségekkel készült kőzetmagok abszolút permeabilitása sem mutatott jelentős különbséget egy adott nyomással készült mintacsoporton belül (21. bal oldali ábra). A jobb oldali poroperm ábrán az áteresztőképesség értékek három jól elkülöníthető csoportok alkotnak, ahol a porozitás 22,03-29,35% között változott, valamint 481-3101 mD közötti permeabilitással rendelkező szintetizált kőzetmag állítható elő az alkalmazott módszerrel.

8.1.1 Szén-dioxid dús környezet hatása a nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok petrofizikai paramétereire

A szakirodalomból ismert a mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállítása olyan vizsgálatokhoz, melyeken keresztül CO₂ injektálás történik (El Husseiny és Vanorio, 2015). Azonban a porózus kőzetmagok előállítási folyamatában a szén-dioxid felhasználásának hatásaival kapcsolatban nem állnak rendelkezésre ilyen publikációk vagy kutatási anyagok. Azonban az utóbbi időben jelentős kutatási érdeklődést mutat a szén-dioxid tárolásának technikája a cementalapú anyagokban (Mo és Panesar, 2013, Siriwardena és Peethamparan, 2015, Haselbach és Thomas, 2014), mivel annak kedvező hatása van a környezetre, mérsékelheti az éghajlatváltozást. Ezekből a szakirodalmi publikációkból kiderül, hogy a CO₂ karbonizációs reakcióval történő megkötése a cementalapú kötőanyagok használata esetében - elsődlegesen a betonokban - ugyanazt az elvet követi, mint az "ásványi karbonizáció": a kalcium- és/vagy magnéziumtartalmú szilikátásványok reakcióba lépnek a szén-dioxiddal, mely folyamat során kalcium-karbonátok és/vagy magnézium-karbonátok képződését eredményezik (Huijgen és Comans, 2005, Olajire, 2013).

A szintetikus kőzetmagok szén-dioxiddal történő utókezelésének hatására kialakuló kalcit kristályok tehát megváltoztathatják azok poroperm értékeit. Ennek vizsgálatára az alábbi mérési sort terveztem. A kísérlet során 24 darab mintatest készült a 4. táblázat szerint. Az első kőzetcsoportot hat darab hagyományosnak mondható módon elkészített minta alkotta (Minta 1-6), ahol az utókezelés kizárólag páradús (RH > 98%) helyen történt.

		Minta száma					
és	2 hét pára	Minta 1	Minta 2	Minta 3	Minta 4	Minta 5	Minta 6
tokezele szerint	1 hét pára + 1 hét CO ₂	Minta 7	Minta 8	Minta 9	Minta 10	Minta 11	Minta 12
	1 hét CO ₂ + 1 hét pára	Minta 13	Minta 14	Minta 15	Minta 16	Minta 17	Minta 18
Ď	2 hét CO ₂	Minta 19	Minta 20	Minta 21	Minta 22	Minta 23	Minta 24

4. táblázat: A mintatestek utókezelése különböző környezeti körülmények között

A nyomóprés alól kikerülő további minták egy túlnyomásos szén-dioxid kamrába (min 96%(V/V)) kerültek változó periódusban és különböző ideig (Minta 7-24), ahol az alkalmazott túlnyomás minden esetben 10 bar volt. Hat darab kőzetminta előállítására azért volt szükség az egyes kőzetcsoportoknál, hogy jobban megállapítható legyen az egyes hatásokkal összefüggő változások mértéke. A vizsgálat további célja az volt, hogy megfigyeljük, hogy a különböző előállítási módok során hasonló poroperm értékekkel rendelkező mintatesteket lehetséges-e előállítani. Ehhez a kísérlethez a legyártott kőzetmagok vázanyagát a korábbi fejezetben is felhasznált nem rezeroár alapanyagú 110-150 μ m közötti szemcséi alkották. A vizsgálat során ügyeltem arra, hogy a változatlan összetétel és előállítási mód mellett a páradús (RH > 98%) környezetben és a CO₂ cellában is egyaránt 45 °C (113 °F) legyen a beállított hőmérséklet az utókezelés teljes ideje alatt (5. táblázat).

Összetétel és előáll	ítási mód
Homok (g)	178,80
Cement (g)	30,00
Víz (g)	12,10
H: (C+V)	4,25
C:V	5,96
H:C	2,48
Homok típus/frakciók (g)	Nem rezevoár
63 μm - 110 μm	0,00%
110 μm - 150 μm	100,00%
150 μm - 200 μm	0,00%
200 μm - 250 μm	0,00%
Alkalmazott nyomás (bar)	400
Nyomás alatt (óra : perc)	24:00:00
Labor hőmérséklet (°C)	~23
Marshall tömörítés	бх
Páraban (óra : perc)	~336:00

5. táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei a CO₂ gáz hatásainak vizsgálatához

Az összehasonlítani kívánt paraméterek között a porozitás és abszolút, illetve effektív permeabilitás értékeken túlmenően a tapadó víztelítettség változásának nyomon követése is a tervezett vizsgálatok között szerepelt. Ez utóbbi érték megállapításához a C oreTest URC-628 kőzetcentrigát használtuk. Ehhez a méréshez a többi mérőeszközzel ellentétben egy maximum 4,5 cm hosszúságú mintatest helyezhető a mérőműszerbe a korábbiakhoz képest

változatlan átmérő megtartása mellett. Így a kőzettestek geometriai kialakítása is ennek figyelembevételével történt, és a porozitás illetve permeabilitás méréseket is ezeken a rövidebb mintákon végeztem el. A legyártásra került nyers (teljes hosszúságú) kőzetmagokból a mérésekhez felhasznált mintatestek úgy lettek kialakítva, hogy azok a nyers minta közepéről származzanak, mivel a nyers minták végein jellemző porozitás, és makropórus csökkenés befolyásolhatja a mérési eredmények összehasonlításán alapuló következtetéseket.

Az általam fejlesztett eljárással készült kőzetek szén-dioxid hatására bekövetkező petrofizikai paraméterek változását megfigyelő vizsgálat első lépéseként a porozitás értékek meghatározására került sor. A különböző környezetben kezelt kőzetdugók poroperm értékei az 6. táblázatban kerültek összefoglalásra.

		Minta száma	Porozitás (%)				Abszolút permeabilitás (mD)			Effektív permeabilitás (mD)				
		Minta 1	26,47				231				98			
	a	Minta 2	25,75				188				105			
	pár	Minta 3	22,73				162				77			
	t hét	Minta 4	23,12				190				167			
	(4	Minta 5	23,73				217				88			
		Minta 6	24,81				239				122			
	20C	Minta 7		25,65				196				99		
	hét (Minta 8		26,67				258				148		
		Minta 9		26,25				275				167		
ц	ára	Minta 10		24,52				89				70		
zeri	ıét p	Minta 11		25,97				252				66		
lés s	1 h	Minta 12		26,86				257				226		
eze	CO2+ 1 hét pára	Minta 13			25,11				82				64	
Utól		Minta 14			26,14				36				28	
-		Minta 15			25,72				57				38	
		Minta 16			25,71				38				32	
	hét (Minta 17			25,73			_	12				9	
	11	Minta 18			25,42				13				10	
		Minta 19				27,41				89				22
	7	Minta 20				28,36				35				21
	t CC	Minta 21				26,60				37				20
	2 hé	Minta 22				26,44				18				12
		Minta 23				24,95				15				7
		Minta 24				26,30				17				9
Átlagos érték		24,44	25,99	25,64	26,68	205	221	40	35	110	129	30	15	

6. táblázat: A mintatestek utókezelés szerinti összetétele és előállítási körülményei a CO₂ gáz hatásainak vizsgálatához

A kizárólag páradús (RH > 98%) környezetben kezelt minták esetében az átlagos porozitás értéke 24,44% volt. A 24 darab kőzettest közül a három legtömörebb minta (Minta

3, 4, és 5) is ebben a csoportban található, melyek értéke nem éri el a 24%-ot. Az egy hét változatlan mértékű relatív párartalmú környezetet követő egy hét CO_2 érlelésű kőzetcsoportban kismértékű porozitás növekedés figyelhető meg (átlagosan 25,99%) az előzőekben bemutatott kőzetcsoport mintatestjeivel összehasonlítva, ahol az átlagos értékt ől való eltérés legnagyobb mértéke 1,47%. Az egy hétre szén-dioxidba, majd egyhét páradús környezetbe (ahol relatív páratartalom minimum 98%) helyezett kőzettestek esetén az átlagos porozitás értéke 25,64%, és az ettől való eltérés maximuma mindössze 0,5%. A reprodukálhatóságot ez esetben jól mutatja az, hogy a 6 mintatestből háromnál mindössze 0,01 és 0,02% közötti eltérés mutatható ki, valamint csak egyetlen minta porozitása haladja meg a 26%-ot. A két hét CO_2 dús környezetben kezelt minták esetében az átlagos porozitás értéke 26,68% volt, és az ettől való eltérés legfeljebb 1,73%.

A mérési sor második elemeként az abszolút permeabilitás értékek kerültek meghatározásra. Az első hat kőzetminta esetében a nitrogén gázzal mért permeabilitás átlagosan 205 mD volt. Ez az átlagérték nagyon közel esik az ugyanilyen eljárással készült mintatestekkel, melyek a "Nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok és azok petrofizikai paraméterei" című fejezetben kerültek bemutatásra. Az egy hét páradús (RH > 98%) környezetben kezelt majd egy hét CO₂-al töltött cellába helyezett kőzeteknél (Minta 7-12) ez a nitrogénnel mért áteresztőképesség 221 mD értékű átlagot mutat. Azonban jelentős mértékű permeabilitás változás következik be (gyakorlatilag változatlan porozitás értékek mellett) abban az esetben, ha az utókezelés először egy CO₂-al töltött cellában történik. Ilyen esetekben (Minta 13-18) az abszolút permeabilitás átlaga 40 mD értékre csökken. Hasonló áteresztőképesség változás érthető el úgy is, ha a mintatestek két héti g tároljuk az említett közegű túlnyomásos kamrában. Így a kőzetmagok abszolút permeabilitása 15-89 mD közötti értékeket mutat. Meg kell jegyezni, hogy a Minta 19 jelű mintatest értéke jelentősen eltér az adott kőzetcsoportot alkotó minták abszolút permeabilitás értékeitől, azonban a többi öt kőzetmag értéke egy szűk tartományba esik.

A kőzetmagok telítését követő effektív áteresztőképesség mérések szintetikus rétegvízzel történtek, ahol a térfogatáram 50 ml/óra volt. A minimum tíz pórustérfogatnyi folyadékmennyiség átsajtolását követően került sor a kiértékelésekre a kapott adathalmazok alapján (6. táblázat). Az előzőekben bemutatott négy csoport közül az első kőzetcsoport esetében az effektív áteresztőképesség átlagos értéke 110 mD volt. Ez az érték a második csoport esetében is hasonló (129 mD) volt, annak ellenére, hogy az utókezelés második felében a kőzetmagok egy túlnyomásos szén-dioxid kamrába kerültek. A harmadik kőzetcsoportnál a megváltoztatott előállítási körülmények hatására egy jelentős effektív

áteresztőképesség változás mutatható ki. A jól látható csökkenés már az abszolút permeabilitás értékekben is kimutatható volt. Jelen esetben az effektív áteresztőképessé gek számtani átlaga 30 mD értéket ér el annak ellenére, hogy a kőzetcsoportba tartozó minták átlagos porozitása több mint egy százalékkal volt nagyobb az első kőzetcsoporthoz tartozó mintatestek porozitás értékeihez képest. Az utolsó csoportban található s zintetikus kőzetek folyadékkal mért áteresztőképességeinek értékei hasonlóan alacsony értéken kerültek meghatározásra úgy, hogy a legmagasabb porozitás értékeket itt mértem, mivel több mint 2%-al volt nagyobb a héliummal kitölthető pórustér, összehasonlítv a a szén-dioxid mentesen készült mintatestek porozitásával. Ezen kőzetmagok átlagos effektív permeabilitás a csupán 15 mD volt. A vizsgált mesterségesen konszolidált kőzetmagoknál részecske-kihordást nem tapasztaltam az abszolút és az effektív permeabilitás méréseknél sem. Ezek alapján megállapítható, hogy fizikailag és kémiailag is stabil szerkezet került előállításra.

Az alapvető poroperm mérések után, a következő lépés a kapilláris tulajdonságok és a relatív áteresztőképesség vizsgálata volt. Erre azért volt szükség, mert a pórustér nagysága, valamint az egyfázisú áteresztőképesség megfelelő tartományba tartozása csak az első lépés ahhoz, hogy áramlástanilag is hasonlónak lehessen tekinteni a mesterségesen és a természetesen konszolidálódott kőzeteket. Tehát a pórustérnek, mint komplex rendszer is hasonlóságot kell mutasson a két kőzetanyag esetében. A poroperm mérések (RCAL; Routine Core Analysis) során kiderült, hogy a porozitás esetében a tartomány megfeleltethető a kedvező tulajdonságú tárolókénak, ahol a páradús (RH > 98%) környezetű kezelés esetében kisebb érték érhető el (Hren és társai 2021). Míg a széndioxidos utókezelés alacsonyabb áteresztőképességű pórusteret (16-89 mD) hoz létre (Claisse és társai 1999, You és társai 2018), addig a páradús környezetű utókezelés átlagos, jó minőségű homokkő tároló permeabilitás értékeit hozza (160-230 mD). A különbséget vélhetően az okozza, hogy a mikropórusok az előbbi esetben nagyobb pórusok között helyezkednek el, és a minták döntően víznedves jellege miatt a kialakuló kapilláris hidak rontják az áramlási keresztmetszetet, utóbbi esetben a mikropórusok kisebb számban és/vagy kedvezőbb helyen jönnek létre, nem gátolva ezzel az áramlást. Ezt a feltételezést igazolják az elvégzett speciális kőzetmag mérések (SCAL; Special Core Analysis), melyek a kapilláris nyomás és a relatív áteresztőképesség mérését jelentik. A minták tapadóvíz telítettsége 30-45 százalék között mozog, amely érték a homokkövek esetében nem rendkívüli, valamint a mesterségesen konszolidált kőzetmagok gyártási alapjai is előre vetítik a kötőanyag jellege miatt, hogy a kialakuló pórustér affinitása a vizes közeget részesíti előnyben. A maradó-olaj telítettségek a homokkő tárolóknak megfeleltethető értékek 24-35% közöttiek (22. és 23 ábra).



22. ábra: Kapilláris nyomás értékek a két hét CO₂-al utókezelt kőzetmagon (Minta 22)

A két hétig széndioxiddal kezelt mesterségesen konszolidált kőzetmag minta esetében a mobil telítettség tartomány 42 és 65 százalékos víztelítettség között értelmezhető (22. ábra).



23. ábra: Kapilláris nyomás értékek páradús környezetben utókezelt kőzetmagon (Minta 3)

Jellemzően hasonló lefutást mutat a két hétig páradús környezetben utókezelt minta is, ennek értéke 41 és 76% víztelítettség között jelent mobilis környezetet (23. ábra). Mivel a két eset nem mutatott jelentős különbséget, így a dolgozatomban csak ez a két "végponti" eset kerül bemutatásra, az egy hét páradús környezet és egy hét széndioxid, valamint ennek a fordított alkalmazásával utókezelt minták értékei értelemszerűen ugyanebbe a tartományba esnek.

A minták nyers adatait minden esetben szükséges volt feldolgozni, mivel az ilyen gyártási technológiával létrehozott mintákban létezhetnek mikrorepedések és a kőzetcentrifuga kamerája rögzíti ugyan, hogy mi történik a kőzetmagon belül, de nem a megfelelő időt rendeli hozzá, így a relatív áteresztőképesség értékeket normálni kellett a kapilláris nyomások által meghatározott mobil kétfázisú áramlásra képes zónára.



24. ábra: CO2-al utókezelt minta (Minta 22) relatív permeabilitás görbéi

8.2 Rezervoár kőzetalapanyagból készült kőzetmagok és azok petrofizikai paraméterei

A rezervoár összetételű mesterségesen konszolidált kőzetmagok alapanyaga a másra már nem használt fúrómagok összetöréséből származik. Ahogyan a felhasználható természetes kőzetmagok száma véges, úgy az a kőzetmennyiség is az, amely a szintetikus kőzetmagok előállítását biztosítani képes. A természetes kőzetmagok szemcseméret-eloszlás alapján nem lehet egyértelműen meghatározni mi az az egyetlen összetétel, amely jellemző lenne a rezervoárra. A kísérletek során a 7. táblázatban leírt összetételt alkalmaztam, amely egy nagyobb mennyiségű (~100 kg) őrlemény eloszlásán alapul. Ezzel biztosítani tudtam, hogy a rendelkezésre álló rezervoár alapú vázanyagból a lehető legtöbb mintatest készülhessen, az egyes szemcseméret tartományok arányos csökkenésének köszönhetően. A kőzetmassza előállításához a cement vízhez viszonyított aránya 2,14 volt, illetve a homokszemcsék tömegmennyisége 4,37-szer volt több, mint a felhasznált cementé. Az alábbi összetételű kőzetmasszát a formába töltöttem, majd azt követően különböző nyomóerőt alkalmaztam a mintákon a kötési idő ideje alatt.

Homokfrakció (µm)	Tömeg (g)
70 - 100	15,49%
100 - 125	18,33%
125 - 160	17,64%
160 - 200	14,91%
200 - 250	15,14%
250 - 315	11,52%
315 -400	6,97%

7. táblázat: A rezervoár kőzetalapanyag használatával készült mesterségesen konszolidált mintatestek összetétele a szemcseméret eloszlás szerint

A kidolgozni kívánt eljárás részeként fontos szempont volt, hogy a lehető legnagyobb volumenben lehessen egy megfelelő petrofizikai paraméterekkel rendelkező mintatest típust előállítani reprodukálható módon. A korábbiakban bemutatott gyártási folyamat, illetve az azt követő rutin mérési eljárás kapacitásmaximuma az a nyomóprés volt, amelyben a mintatesteket a több órán keresztül tartottam az előre meghatározott nyomáson. Így tehát abban az esetben lehetséges a nagyobb mennyiségű mesterségesen konszolidált kőzetmagok

előállítása, ha a nyomóprésben töltött tömörítési idő csökkenthető változatlan petrofizikai paraméterek mellett. Ennek megállapítására, hogy ez lehetséges-e, egy olyan kísérletet folytattam le, ahol állandó szemcseméret-eloszlás, és a cement-víz, illetve a cement-homok arány megtartása mellett változtattam a tömörítési időt. Ez a fajta vizsgálat különböző mértékű tömörítési nyomásokon ment végbe annak érdekében, hogy a nagyobb tartományú poroperm értékek mellett lehessen megfigyelni a tömörítési idő változásának a hatásait.

A 26. ábrán a 120 és 180 bar nyomással készült műkőzetmagok poroperm ábrája látható, melyek egy része maximum 10 órát (jellemzően 9 órát) töltött a nyomóprésben, illetve a kőzetmagok másik csoportja, melyek minimum 10 óra (jellemzően 14-15 óra) után kerültek a páradús (RH > 98%) környezetű kamrába. A jobb áttekinthetőség érdekében a feltüntetett adatpontok nem logaritmikus skálán ábrázoltam. Ennek a vizsgálatnak az volt a célja, hogy megfigyelhessem az alkalmazott nyomás hatását a poroperm értékek tekintetében, illetve arra kerestem választ, hogy a nyomáson tartás ideje befolyásolja-e a porozitást és a permeabilitást. A kisebb nyomással előállított kőzetmagoknál a maximum tíz órás tömörítési nyomás nem bizonyult elegendőnek, ugyanis a kialakítás vagy a rutin mérések során több kőzetmag eltört. A nyolc kőzetmag közül csupán három mintatest adatpontja kerülhetett így megjelenítésre. Ez a nyomás és tömörítési idő tekinthető egyfajta minimumnak, amellyel mesterségesen konszolidált kőzetmag előállítható.



22. ábra: 120 és 180 bar nyomással előállított mesterségesen konszolidált kőzetmagok poroperm ábrája

A kapott adatpontokhoz tartozó minták is gyengén konszolidáltak, azok kialakítása és bemérése csak fokozott figyelem mellett volt lehetséges. A jellemzően 14-15 órás nyomásos

tömörítéssel már konszolidáltabb kőzetek kerültek előállításra, és ehhez a kőzetcsoporthoz tartozó mintáknak az egyharmada tört el a vizsgálati folyamat valamely szakaszában.

A 120 bar tömörítési nyomással készített kőzetminták petrofizikai paraméterei nem alkotnak külön halmazt, - függetlenül attól, hogy azok mennyi ideig voltak préselésnek kitéve – mivel a sárga és szürke pontok egy halmazt alkotnak.

A 180 bar nyomóerőnek kitett mintatestek porozitás és permeabilitás értékei – a 120 bar tömörítési nyomással készült mintákhoz hasonlóan – nem mutatnak különbséget a tömörítési idő szerint a poroperm értékek szempontjából. A 26. ábrán látható, hogy a kapott porozitás és permeabilitás értékek egy adathalmazt alkotnak. Az így készült kőzetmagok sokkal jobban konszolidáltak, mint a 120 bar nyomóerővel készített kőzet dugók, mivel a kialakítás és a mérések alatt egyetlen mintatest sem tört el.

A vizsgálathoz legyártott minták a tömörítési nyomások szerint jól elkülöníthetők, azok porozitás és permeabilitás értékeik szerint is külön tartományokat, kőzetcsoportokat alkotnak a poroperm ábra alapján (26. ábra).

8.2.1 Szén-dioxid dús környezet hatása a rezervoár alapanyagból készített kőzetmagok petrofizikai paramétereire

A nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagokhoz hasonlóan a rezervoár alapanyagból előállított mintatestek esetében is megvizsgáltam, hogy a CO₂ dús környezet milyen változásokat eredményez a petrofizikai peraméterekben az utókezelés során. A vizsgálatok során a rutin méréseken felül a pórusméret eloszlás alaposabb megismerésére helyeztem nagyobb hangsúlyt annak érdekében, hogy jobban értelmezhető legyen a CO₂ gáz hatása az utókezelés folyamatában.

Ebben a kísérletben a mesterségesen konszolidált kőzetmagok azonos összetétellel készültek (8. táblázat). A mintatestekhez felhasznált anyagok mennyisége (víz, homok, cement) és aránya is változatlan volt a megfigyelés során. Minden esetben a rezevoárból származó kőzetliszt szolgáltatta a kőzetmagot alkotó vázszerkezetet. További hasonlóság, hogy az elvégzett higanyos porozitmetriás mérés a minta elkészítését - azaz az utókezelését – követően ugyanannyi idővel került elvégzésre. Ügyeltem arra, hogy ne csak az utókezelés időtartalma, hanem az utókezeléstől a higanyporozimetriás mérésig is ugyanannyi idő teljen el. Az egyetlen különbség a nyomóprésben eltöltött kötési időt követő 4 hétig tartó érlelési ciklusban volt. A mérési terv szerint az első mintatest szén-dioxid mentes utókezelést kapott,

azaz 4 hétig tároltam azt a párakamrában (RH > 98%), ahol a nyomás atmoszférikus volt és a hőmérséklet 22-23 °C között változott. A második mintát először egy nagynyomású cellába helyeztem, ahol a laborhőmérsékletű és 3 bar túlnyomású CO₂ gáz vette körül ezt a modellanyagot, amely két hét elteltével a páradús (RH > 98%) környezetű kamrába került át. A harmadik kőzetmag először a páradús (RH > 98%) közegű kamrába került, majd további két hétig a széndioxid dús környezetben folytatódott az utókezelés, amely után következett a kialakítás és a bemérés. A pórusméret eloszlást a ThermoFisher gyártmányú Pascal 140 és 440 típusú eszközzel határoztuk meg szintén a korábbiakhoz hasonlóan.

Összetétel és előállítási mód				
Homok (g)	164,72			
Cement (g)	37,42			
Víz (g)	17,10			
H: (C+V)	3,02			
C:V	2,19			
H:C	4,40			
Homok típus/frakciók (g)	Rezervoár			
70 μm - 100 μm	15,49%			
100 μm - 125 μm	18,33%			
125 μm - 160 μm	17,64%			
160 μm - 200 μm	14,91%			
200 μm -250 μm	15,14%			
250 μm - 315 μm	11,52%			
315 μm -400 μm	6,97%			
Alkalmazott nyomás (bar)	150			
Nyomás alatt (óra : perc)	24:00:00			
Labor hőmérséklet (°C)	~23			
Marshall tömörítés	5x			
Utókezelés (óra : perc)	~670:00			

8.	táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei
	a CO ₂ gáz hatásainak vizsgálatához

A T-275 jelű mesterségesen konszolidált kőzetmag utókezelése 4 hétig tartott páradús (RH > 98%) környezetben. A petrofizikai paraméterei és pórusméret eloszlás értékei a 27. ábrán kerül bemutatásra, összehasonlítva egy természetes homokkőből származó mintatesttel kapott eredményekkel. A 3,81 cm (1,5 in) \pm 0,05 cm (0,01968 in) átmérőjű és 6,98 cm (2,75 in) \pm 0,1 cm (0,039 in) hosszú hengeres kőzetdugóból lett kialakítva a 6,43 X 7,1 X 17,3 mm-es hasáb, melyen a roncsolásos higanypenetrációs vizsgálatot elvégeztük. Látható, hogy a természetes kőzetek esetén jellemzően egy egymodusú, a kis pórusátmérők irányában csökkenő eloszlás látható, addig a mesterségesen konszolidált kőzetmag esetén egy kétmodusú eloszlást kapunk. Ebből következik, hogy a mikro- és makropórusok aránya

sem követik egymást (természetes 69,25-30,25%; mesterséges 53,16-46,84%). Makropórusoknak azokat a pórusokat nevezzük, melyeknél a higanyporozitás mérés során a higannyal történő telítése legfeljebb 2 bar (29 psi) túlnyomáson lehetséges. Mikropórusoknak pedig azokat, amelyek elárasztásához az említett nyomásértéktől nagyobb túlnyomás szükséges. A hasonló porozitás érték mellett az átlagos pórusátmérő tekintetében is eltérés tapasztalható. Ez egy fontos mérőszám a porózus mintatestek esetében, amely - a porozitás - mellett nagymértékben befolyásolhatja a kőzetmag abszolút és effektív áteresztőképességét. Ez az érték a vizsgált mesterséges minta esetében 8,538 mikrométernek adódott, szemben a természetes homokkőből származó mintatest 12,941 mikrométerével. Az abszolút permeabiliátás értéke nagyon jó egyezőséget mutat, azonban az effektív permeabiliás érték kismértékben elmarad a természetes minta értékétől. Ennek az lehet az oka, hogy a kőzetmag víznedves tulajdonsága miatt kialakuló kapilláris hidak rontják az áramlási keresztmetszetet.



	Természetes	Mesterségesen konszolidált
Átlagos pórus átmérő, [Mikrométer]	12,941	8,538
Makró porozitás (Max. 2 bar), [%]	69,25	53,16
Mikro porozitás (2 bar felett), [%]	30,75	46,84
Porozitás (%)	27,89	32,99
Abszolút permeabilitás (mD)	338	345
Effektív permeabilitás (mD)	212	139

23. ábra: Egy természetes kőzetmag (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag (jobbra; T-275) pórusméret eloszlása

A T-279-es elnevezésű kőzettest 14 napos CO_2 utókezelését követő 14 napos páradús (RH > 98%) környezetben történő érlelése után került sor a pórusméret eloszlás meghatározására (24. ábra). A vizsgált kőzetmag (T-279) pórusméret eloszlása hasonló, mint a T-275 jelű mintáé (23. ábra). Különbség mutatkozik azonban a két mintatest mikro- és makróporozitásának arányában. Míg az előbbinél ez az arány 53,16-46,84% volt, ebben az esetben ez az arány 58,25 – 41,75%-ot ér el, úgy hogy a porozitás értékek között csak kismértékű eltérés tapasztalható. Ezzel a mérhető makropórus növekedéssel együtt az

átlagos pórusátmérőben is változás következett be, amely 11,321 mikrométerre módosult a korábbi 8,538 mikrométerről, csaknem elérve a természetes kőzetmagon mért 12,941 mikrométeres célt. Továbbá, ez a változás feltételezhetően közvetlen hatással volt az effektív áteresztőképesség növekedésre, amely 175 mD értéken került meghatározásra.



Effektív permeabilitás (mD)21217524. ábra: Egy természetes kőzetmag (balra) és egy cement alapú mesterségesen
konszolidált kőzetmag (jobbra; T-279) pórusméret eloszlása

27,89

338

31,81

321

Porozitás (%)

Abszolút permeabilitás (mD)

A T-277-es mesterségesen konszolidált kőzetmag esetében az első érlelési időszakban helyeztem a mintatestet egy páradús (RH > 98%) környezetű kamrába, majd azt következő 14 napban került át CO₂-ban töltött tartályba.



25. ábra: Egy természetes kőzetmag (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag (jobbra; T-277) pórusméret eloszlása

A kőzetmag pórusméret eloszlásában kismértékű javulás tapasztalható, a széndioxidmentesen készített kőzetmaggal összehasonlítva, mivel az átlagos pórus átmérő 9,774 mikrométerre növekedett, a T-275 jelű mintán mért 8,538 mikrométerrel szemben (29. ábra). Továbbá elmondható, hogy a CO₂ mentes készítésű mintához képest jelen esetben is hasonló mikro-makroporozitás arányú mesterségesen konszolidált kőzetmagot sikerült előállítani, mivel a makropórusok részaránya 53,16%-ról, 52,66%-ra változott. Ez azt jelenti, hogy ez az érték elmarad a korai CO₂ kezelésű kőzetmag értékétől (T-279), amely makropórusainak az aránya 58,25% volt. Az áteresztőképességek tekintetében számottevő változás nem következett be. A kapott értékek a szén-dioxid mentes mesterségesen konszolidált kőzetmag értékeihez illeszkednek.

8.3 Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok petrofizikai paramétereinek befolyásolhatósága adalékanyagokkal

A mesterségesen konszolidált kőzettest készítése során mérlegelni szükséges az alkalmazott nyomás mértékét a készítés során annak érdekében, hogy az elvárt petrofizikai paraméterek teljesüljenek. A technológia egyéb tényezői (például a tömörítés mértéke, nyomáson tartás ideje, vagy a cement-víz arány) is befolyásolhatja a porozitás és permeabilitás értékeket. A kívánt paraméterek elérésének egy másik módja lehet, ha a változatlan homok-víz-cement arányt megtartva különböző adalékanyagokat keverünk a kőzetmasszához. Az így módosított eljárással a cél alapvetően az volt, hogy hatékonyan befolyásoljam a "műkőzetek" permeabilitás értékeit.

Az olajipari gyakorlatban köztudott, hogy egy adott cementezési művelet során a cementtejben a megnövekedett mennyiségű só (NaCl) gyorsítja a cement kötését, azaz ezzel lecsökkentve a rendelkezésre álló időt egy cementezési művelethez. A mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállítására vonatkozó szakirodalmi kutatásaim során nem találtam olyan szakmai anyagot, amely a porózus kőzetmagok petrofizikai paramétereinek befolyásolását írná le nátrium-klorid vagy más különböző sók használatával.

Ebben a kutatási fázisban tehát a konyhasó (NaCl), a kálium-klorid (KCl), illetve kalcium-klorid (CaCl₂) - mint adalékanyagok - a kőzetmagok petrofizikai értékeire gyakorolt hatásásait vizsgáltam meg. A cél a természetes kőzetmagok mért értékeihez az eddiginél közelebbi, kedvezőbb eredmények elérése volt. A kísérlet során tehát ugyanazt a szemcseösszetételt, alapanyag arányt, tömörítést, illetve nyomáson tartást alkalmaztam

minden mintatest esetén, amely megegyezik a kontroll mintának vett adalékanyagmentes műkőzetnél. Az előállítás során használt anyagok és a készítés módjának főbb jellemzői az alábbi 9. táblázatban kerültek összefoglalásra.

Összetétel és előállítási mód						
Minta száma	151	151				
Homok (g)	163,59	163,59				
Cement (g)	36,96	36,96				
Víz (g)	20,95	21,38				
CaCl(g)	2,13	6,39				
CaCl(V/V%)	1	3				
H: (C+V)	2,9	2,88				
C:V	1,9	1,86				
H:C	4,43	4,43				
Homok típus/frakciók (g)	Rezervoár	Rezervoár				
70 μm - 100 μm	15,49%	15,49%				
100 μm - 125 μm	18,33%	18,33%				
125 μm - 160 μm	17,64%	17,64%				
160 μm - 200 μm	14,91%	14,91%				
200 μm - 250 μm	15,14%	15,14%				
250 μm - 315 μm	11,52%	11,52%				
315 μm -400 μm	6,97%	6,97%				
Alkalmazott nyomás (bar)	200	200				
Nyomás alatt (óra : perc)	24:00:00	24:00:00				
Labor hőmérséklet (°C)	~23	~23				
Marshall tömörítés	5x	5x				
Utókezelés (óra : perc)	~304:00	~307:00				
Száraztömeg (g)	135,44	134,89				
Vizestömeg (g)	155,15	155,87				
Hossz (mm)	69,6	69,06				
Átmérő (mm)	36,44	36,62				

9. táblázat: A mintatestek összetétele és előállítási körülményei a különböző adalékanyagok hatásainak vizsgálatához

Ezen anyagok hatásainak megfigyelésére a saját fejlesztésű eljárást úgy módosítottam, hogy a kőzetmassza készítésekor a desztillált vízhez 1 vagy 3 térfogat százaléknyi adalékanyagot (sót) kevertem. A só feloldódását követően lett hozzákeverve a változatlan mennyiségű cement, majd a szintén változatlan mennyiségű rezervoár homok. Az utókezelés és a kialakítás módjában sem történt változás. A porozitás és a permeabilitás meghatározása azonban egy további lépéssel egészült ki. Az elkészült, azaz utókezelt és kialakított mintatestekből szükségesnek láttam kioldani a hozzáadott sót. Ezt az effektív permeabilitás méréshez hasonló módon történt, annyi különbséggel, hogy a szintetikus rétegvíz helyett desztillált vizet használtam áramló közegnek. Ezek után az átmosott, azaz megtisztított, majd kiszárított mintatestek petrofizikai meghatározása következhetett a korábbi mintáknál

megegyező módon.

Az adalékanyagmentes mesterséges kőzetmag kőzetfizikai tulajdonságait leíró főbb paraméterek a 30. jobb oldali ábrán kerültek összefoglalásra, a természetes kőzetmagok eredményeivel összehasonlítva. A természetes kőzetek esetén továbbra is jellemző az egymodusú, a kis pórusátmérők irányában a csökkenő eloszlás, és az adalékanyagmentes cement alapú mintatestnél is látható a kétmodusú eloszlás. Ebből következik, hogy a mikroés makropórusok aránya az itt kiválasztott mintatesteknél sem követik egymást, amely az átlag értékek szerint 11,050 és 8,472 mikrométeres értékeket mutatnak. Ezek az arányok alapvetően befolyásolják az olajipari mérések szempontjából meghatározó mérőszámot, a permeabilitást. Ahogy az a 30. ábrán látható a mesterséges mag ezen paraméterei is elmaradnak a természetes kőzetmagétól. A korábbiakhoz hasonlóan ez minden bizonnyal a kisebb pórusátmérővel, illetve az áramlásban leginkább résztvevő makropórusok kisebb arányával magyarázható.



30. ábra: Egy természetes (balra) és egy cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmag pórusméret eloszlása

8.3.1 Nátrium-kloriddal adalékolt kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékei

Először NaCl-ot adalékoltam a kőzetmassza alapjául szolgáló desztillált vízhez, és ezt adtam az előre kimért kőzetliszthez. Az előállítás további részében nem történt változás, mindaz megegyezett a korábban leírt módszertannal. Az ilyen módosítással készült kőzettestek összességében állékonyabbak lettek, így könnyen ki lehetett alakítani az elvárt geometriai formát. A rutin mérésekkor alkalmazott köpeny- illetve áramlási nyomással szemben is jól ellenállt, illetve a mérőeszközbe történő behelyezéskor sem kellett tartani attól, hogy a mintatest eltörik, illetve az effektív permeabilitás mérés során nem tapasztaltam kimosódást. Azonban a kedvező fizikai állapot változása nem terjed ki a kőzetfizikai paraméterekre. A 31. ábrán látható, hogy az 1 V/V %-os, illetve a 3 V/V %-os konyhasóval adalékolt kőzettestek esetében is csökkent az átlagos pórusátmérő összehasonlítva a 30. ábrán feltüntetett adalékmentes cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmagok értékeivel. Továbbá, a mikropórusok aránya is kedvezőtlen irányába változott. Ez az oka annak, hogy bár a porozitás növekedett, az abszolút áteresztőképesség ezzel ellentétben csökkent a cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetmagokhoz képest.



31. ábra: NaCl adalékanyaggal előállított mesterséges kőzetminta pórusméret eloszlása 1 V/V% (balra) és 3 V/V % (jobbra) esetén, illetve legfontosabb paraméterei

8.3.2 Kálium-kloriddal adalékolt kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékei

A KCl-al készített mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállítási technikája megegyezik a korábban bemutatott NaCl-os kőzetek gyártási módszerével. Fizikai állapotát tekintve, ezek a mintatestek mállékonyabbak lettek, ezért csak rendkívül körültekintő, gondos odafigyeléssel lehetett csak elérni a mérésekhez szükséges geometriai formát. A porozitás, és a permeabilitás mérések lefolytatása is csak fokozott figyelem mellett valósulhatott meg. Arra is kiemelt figyelmet kellett fordítani arra, hogy a kőzetmagok ne törjenek el a mérőműszerekbe történő behelyezéskor vagy a mérést követő kivételkor. A NaCl-hoz hasonlóan itt is növekedett a porozitás, és a folyamat eredményeképpen itt is kedvezőtlenül módosult a mikro-makrópórusok aránya (32. ábra). Az abszolút permeabilitás

értékek változása eltérő irányú és mértékű a felhasznált adalékanyagok mennyiségétől függően. Az egy térfogatszázalékos változatnál egy kismértékű javulás figyelhető meg az abszolút permeabilitásban, mivel a kezdeti 155 mD 161 mD –ra javul. Ez azonban minimális javulásnak számít gyakorlati értelemben. A három térfogat százaléknyi kálium-kloriddal kezelt kőzetmag esetében egy jól érzékelhető áteresztőképesség csökkenése figyelhető meg növekvő mikropórus és csökkenő átlagos pórus átmérő mellett.



32. ábra: KCl adalékanyaggal előállított mesterséges kőzetminta pórusméret eloszlása 1 V/V% (balra) és 3 V/V % (jobbra) esetén, illetve legfontosabb paraméterei

8.3.3 Kalcium-kloriddal adalékolt kőzetmagok porozitás és permeabilitás értékei

A CaCl₂-al módosított cement alapú mesterségesen konszolidált kőzetek rendkívül stabil szerkezetűek lettek, a NaCl-dal készült mintatestekhez hasonlóan. Az effektív áteresztőképesség mérésekor kimosódást itt sem tapasztaltam. A vizsgált paraméterek tekintetében különbség látható az 1 és a 3 V/V%-kal adalékolt kőzetek között (33. ábra). Az 1 V/V%-os mintatestek pórusméret eloszlása két modusú, - hasonlóan az eddig bemutatottakkal - ellentétben a természetes kőzetek eloszlás-függvényével. A 3 V/V%-nyi CaCl₂-ot tartalmazó műkőzeteknél azonban sikerült elérni az egy modusú eloszlást úgy, hogy az átlagos pórus átmérő meghaladta a 10 mikrométert. További jó eredmény a 3 V/V%- os kőzetmintáknál az, hogy - a többi sóhoz hasonlóan - a porozitás növekedett, valamint a kezdeti 155,0 mD-is áteresztőképesség 261,7 mD-ra nőtt.
Image: structure Image: structure <td< th=""><th>The second s</th><th></th><th>8128 04.00 (LAT21804215)</th></td<>	The second s		8128 04.00 (LAT21804215)
Image: Antipage of the second seco			
Image: style styl			A.S.S.
I % CaCl2 3% CaCl2 Átlagos pórus átmérő, [Micron] 7,053 10,237 Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] 35,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7			
Image: Market Stress Image: Market Stress Makró porozitás (2 bar felett), [%] 35,2 Makró porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 Porozitás (%) 29,4 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7			
Image: Non-State of the state of the st			
Í Í			
Í Í			
Í % CaCl2 3% CaCl2 Átlagos pórus átmérő, [Micron] 7,053 10,237 Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] 35,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7			
Í variante Í variante 1 % CaCl2 3% CaCl2 Átlagos pórus átmérő, [Micron] 7,053 10,237 Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] 35,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7		(X) 1/4	
Í % CaCl2 3% CaCl2 Átlagos pórus átmérő, [Micron] 7,053 10,237 Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] 35,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7			
Image: Second			
1 % CaCl2 3% CaCl2 Átlagos pórus átmérő, [Micron] 7,053 10,237 Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] 35,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7			
1 % CaCl23% CaCl2Átlagos pórus átmérő, [Micron]7,05310,237Makró porozitás (2 bar-ig.), [%]35,241,1Mikro porozitás (2 bar felett), [%]64,858,9Porozitás (%)29,430,2Abszolút permeabilitás (mD)114,7261,7	Support R. A.D. (2019) With D. M. Statistic and Statistical Statistics and A. M. Statistics and A. M.	(Second States) (Second States and States	and provide the second data and a second data is a second s
Átlagos pórus átmérő, [Micron]7,05310,237Makró porozitás (2 bar-ig.), [%]35,241,1Mikro porozitás (2 bar felett), [%]64,858,9Porozitás (%)29,430,2Abszolút permeabilitás (mD)114,7261,7	First Station Strained	1.00	Fire Jonice Blatter
Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] 35,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7	The factor strains	1 % CaCl ₂	3% CaCl ₂
Makro porozitás (2 bar-ig.), [%] 55,2 41,1 Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7	Átlagos pórus átmérő, [Micron]	1 % CaCl ₂ 7,053	3% CaCl ₂ 10,237
Mikro porozitás (2 bar felett), [%] 64,8 58,9 Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7	Átlagos pórus átmérő, [Micron]	1 % CaCl ₂ 7,053	3% CaCl ₂ 10,237
Porozitás (%) 29,4 30,2 Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7	Átlagos pórus átmérő, [Micron] Makró porozitás (2 bar-ig.), [%]	1 % CaCl ₂ 7,053 35,2	3% CaCl2 10,237 41,1
Abszolút permeabilitás (mD) 114,7 261,7	Átlagos pórus átmérő, [Micron] Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] Mikro porozitás (2 bar felett), [%]	1 % CaCl ₂ 7,053 35,2 64,8	3% CaCl2 10,237 41,1 58,9
	Átlagos pórus átmérő, [Micron] Makró porozitás (2 bar-ig.), [%] Mikro porozitás (2 bar felett), [%] Porozitás (%)	1 % CaCl2 7,053 35,2 64,8 29,4	3% CaCl2 10,237 41,1 58,9 30,2

 ^{33.} ábra: CaCl₂ adalékanyaggal előállított mesterséges kőzetminta pórusméret eloszlása
1 V/V% (balra) és 3 V/V% (jobbra) esetén, illetve legfontosabb paraméterei

8.4 Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok homogenitás vizsgálata

Az saját fejlesztésű technológia kidolgozásakor kiemelt szempont volt, hogy olyan mintatest álljon elő, melynek különböző részein mért értékek nagy egyezőséget mutatnak. Ezen értékek alatt elsősorban a porozitást és a pórusméret eloszlást értem. Ennek az az oka, hogy az előző fejezetben bemutatottak alapján látható, hogy a porozitás értékek változása mellett a pórusméret eloszlás változása alapvetően befolyásolja az effektív permeabilitást. Ez azért fontos paraméter, mert a későbbi kiszűrődés-vizsgálatoknál ezen érték alapján kívántam csoportosítani a kiválasztott mintatesteket, annak érdekében, hogy a mérések eredményei jól összehasonlítók legyenek. A porozitás és a pórusméret eloszlás meghatározására higanypenetrációs vizsgálatokat végeztünk a Thermo Scientific™ gyártmányú Pascal 140 és a Pascal 440 típusú mérőeszközökkel.

A kiválasztott kőzetminta összetétele és előállításának módja megegyezett a "Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok petrofizikai paramétereinek befolyásolhatósága adalékanyagokkal" című fejezetben leírt adalékmentes "műkőzettel". A kőzetminta tíz darab körülbelül 7 mm vastag korongra lett felvágva egy gyémánt bevonatos vágókoronggal (34.A ábra). A minta előkészítésének következő lépeseként ugyanezen vágóberendezéssel egy-egy hasáb alakú minta került kialakításra az egyes szeletekből (34.B ábra). Az így kialakított mintatesteken megkezdődhettek a higanyos porozimetriás mérések.



34. ábra: (A) Minta 25 jelű kőzetmag szeleteinek helye a mintatestben; (B) A hasáb alakú mintatest helye és mérete az egyes korongokban

A tíz darab koronghoz tartozó megegyező számú mintából származó eredmények a 10. táblázatban kerültek összefoglalásra. Az eredményekből jól látható, hogy a mesterségesen konszolidált mintatest egészét tekintve nincs jelentősen eltérő érték a porozitás és a mikromakropórus adatokban. A minta alján körülbelül 2,0 cm-es magasságig a kisebb pórustér jellemző, míg a tetején az utolsó 1 cm-es térrészben ugyanez a tulajdonság jellemzi a mintatestet összehasonlítva annak középső részével. Az itt kapott porozitás értékek 24,90 és 26,41% között változnak. A porozitás értékek mellett a makropórus arányok is eltérőek a mintatest ezen részein. A 10. táblázat alapján kimutatható, hogy ezek részaránya nem vagy alig éri el az 50%-ot, míg a mintatest közepe felé haladva egyetlen esetben sem csökken ezen érték alá. Ennek a mérési sornak az eredményeképpen a technológiai eljárás úgy módosult, hogy a nyers hosszúsággal (~10 cm; ~3,94 in) rendelkező szintetikus kőzetmag 6,98 cm-en (2,75 in) felüli hosszának a kétharmadát a mintatest aljáról, míg a maradék körülbelül egy harmad részt a tetejéről kell eltávolítani.

Minta száma	Porozitás (%)	Makro (%)	Mikro (%)
Minta 25/1	26,41	45,45	54,55
Minta 25/2	28,16	49,55	50,45
Minta 25/3	28,63	51,92	48,08
Minta 25/4	28,45	51,38	48,62
Minta 25/5	27,47	52,24	47,76
Minta 25/6	26,53	53,66	46,34
Minta 25/7	28,07	54,47	45,53
Minta 25/8	26,72	52,5	47,5
Minta 25/9	24,93	50,23	49,77
Minta 25/10	24,9	47,51	52,49

 táblázat: A Minta 25 jelű kőzetmag korongjaiból nyert hasábok porozitás és mikro-makro pórus arányok

8.5 Mesterségesen konszolidált kőzetmagok látszólagos áteresztőképessége az utókezelés során

Egy mesterségesen konszolidált kőzetminta előállításának folyamata hosszadalmas, jellemzően több hétig tart. Ennek oka elsősorban az utókezelés idejével magyarázható. A 2-4 hetes érlelési folyamatot követően még legalább 5-7 nap a kőzetmag előkészítése és bemérése, valamint a kapott adatok kiértékelése. Így tehát legkevesebb 3 hét szükséges egyetlen minta petrofizikai paramétereinek a meghatározásához. A következtetések levonása után mérlegelendő a szükséges vagy lehetséges összetételbeli és/vagy technológiai eljárás módosítása. Egy adott recept alapján készülő mesterségesen konszolidált kőzetmag előállítási folyamata alatt ezért célszerű lenne ellenőrizni, hogy az adott minta petrofizikai értékei a kívánt tartományban van-e. Ennek hiányában például egy új kötőanyag vagy vázanyag kipróbálása esetén csak több hét elteltével van lehetőség arra, hogy a szükséges módosítások meghatározásra kerüljenek. Természetesen a különböző összetételek és/vagy utókezelések egyidejű alkalmazása is lehetséges, azonban ez többlet munkával jár valamint az egyes mérőműszerek kapacitását is leköti, növelve azok elhasználódásból adódó meghibásodásának lehetőségét. Ezzel nem csak a mérések száma és az azzal járó anyagok mennyisége nő, hanem a mérésekre fordított munka mennyisége is növekszik. Továbbá, számításba kell venni az esetenként előforduló anyagok (vázalkotó és kötőanyagok) véges mennyiségét.

Ennek a problémának a megoldására a CoreLab gyártmányú PPP-250 típusú hordozható permeaméter volt a segítségemre. Ezt a terepen is könnyen használható mérőeszközt használtam a permeabilitás meghatározására az utókezelés ideje alatt. Az előállított kőzetmagok a nyomóprés alól kivéve már elég stabil szerkezetűek ahhoz, hogy a mérőeszközhöz tartozó mintabefogóba helyezhetők legyenek. A kísérlet során megfigyelt rezervoár alapanyagból készített minták összetétele és utókezelési módjuk szerint megegyeztek a korábbi fejezetekben bemutatott kőzetmintákkal. Ilyenek a "Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok homogenitás vizsgálata" című fejezetben szereplő Minta 25 jelű kőzetmag és a "Rezervoár alapanyagból készült mesterségesen konszolidált kőzetmagok petrofizikai paramétereinek befolyásolhatósága adalékanyagokkal" című fejezetben bemutatott adalékmentes mintatest is. A bemutatásra kerülő nem rezervoár alapanyagú kőzetminták vázalkotó szemcséi 150-200 µm közöttiek voltak. A mobil permeabilitás mérések ideje alatt a mintatesteket a páradús (RH > 98%) környezetből ki kellett venni, de kiszárításuk nem történt meg. Így az utókezelési folyamata csak néhány percre kerül megszakításra. A mérések ideje alatt a kőzetmagok pórusterében jelentős mennyiségű víz van jelen. Ez azt jelenti, hogy a mobil permeaméterből nyert permeabilitás értékek nem nevezhetők abszolút áteresztőképességnek, de relatív permeabilitásnak sem. Így ezek alapján szükségesnek tartottam, hogy az ilyen mérési körülmények között kapott áteresztőképesség értékeket látszólagos permeabilitásnak elnevezni.

A T-367-es jelű minta volt az első, amelyen ilyen jellegű vizsgálatokat folytattam (35. ábra). Mint látható, a nyomóprés alól kikerült (1. nap) műkőzet áteresztőképessége az idő függvényében csökken, valamint ennek a változásnak a mértéke csak napok elteltével mérséklődik. A korábban még nem alkalmazott vizsgálat során csak egy hét elteltével kezdődött el ezen kőzetminta másik oldalán az ilyen jellegű változások megfigyelése. A kapott adatok alapján elmondható, hogy a mérési adatpontok nagyon hasonlóak a mintatest mindkét oldalán. Az utókezelés folyamatának végén a permeabilitás értéke ezeken a helyeken 180 mD körüli értéken állandósult. A végeléssel kialakított 6,98 cm (2,75 in) \pm 0,1 cm (0,039 in) hosszú minta bemérése néhány nappal később is megtörtént. Az API szerinti abszolút permeabilitás mérést követő kiértékelés 163 mD értéket mutatott.



35. ábra: A T-367 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)

A T-373-es jelű minta receptje és előállítási körülményei megegyeztek a T-367-es mintáéval, azonban az áteresztőképességek értékei az első naptól kezdődően meghatározásra kerültek a mintatest mindkét végén. A korábbi mintához hasonlóan itt is magasabb kezdeti értékek figyelhetőek meg az áteresztőképesség szempontjából, és az utolsó mérési adatpontok közötti különbség itt is kis eltérést mutatott (36. ábra). A minta tetején mért áteresztőképesség 216 mD míg az alján 200 mD volt. A levégelt és kiszárított minta API szerinti abszolút áteresztőképessége 210 mD értéket adott a kiértékelést során.



36. ábra: A T-373 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)

A nem rezervoár alapanyagból készült mintákon is elvégeztem ezeket a méréseket. A bemutatásra kerülő mintatestek elkészítéséhez a vázanyagot a 100-150 µm-es nagyságú homokszemcsék adták, és az egyes minták előállítása során az egyetlen különbség az azokra ható nyomás volt.

A T-379 jelű mintatestre ható nyomóerő 200 bar nagyságú volt a nyomóprésben, amelynek dugattyúja 37 mm átmérőjű. A korábbi megfigyelésekhez hasonlóan itt is magasabb értékeket mértem az első nap, amely érték az idő függvényében csökkent. Ennél a kőzetmagnál a megfigyelés az utókezelés teljes ideje alatt megtörtént napi rendszerességgel (37. ábra). Egy hét elteltével már kisebb mértékű változások figyelhető ek meg, mint az utókezelés első felében. Az utókezelés 14. napján 2402 és 2517 mD látszólagos áteresztőképességet mértem. Végül a körülbelül 7 cm hosszúságú mintatest API szerinti abszolút áteresztőképessége 2373 mD volt.



37. ábra: A T-379 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)

A T-381-es jelű kőzetmag esetében a nyomóerő mértéke 300 bar volt, ami 24 órán keresztül hatott a mintára. Eredményül elmondható, hogy a látszólagos permeabilitás kezdő értéke 700-800 mD-val kisebbb értékről indul összehasonlítva a T-379 minta kezdeti látszólagos áteresztőképességéhez képest. A vizsgálat ideje alatt a kőzetdugó mérési pontjain (végein) mért adatok közötti különbség kismértékű (38. ábra). Az utókezelés folyamatának végén a minta tetején mért áteresztőképesség 1720 mD, míg az alján 1734 mD volt. A kiszárított mintán elvégzett abszolút áteresztőképesség eredménye 1355 mD értéket mutatott.



38. ábra: A T-381 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)

Az előállítás során a legnagyobb nyomóerőt (400 bar) a T-385-ös mintán alkalmaztam. A T-381-es jelű kőzetmaghoz viszonyítva a 100 bar nyomástöbblet 1000-1200 mD kezdeti áteresztőképesség csökkenést jelent. A mintatest két végén mért adatok között érzékelhető eltérés figyelhető meg, amely a vizsgálat teljes ideje alatt csaknem azonos mértékű maradt (39. ábra). A jellemzően csökkenő tendencia végén 697 és 558 mD látszólagos permeabilitás értékeket mértem. Az előzőekben is használt számítással a T-385-ös jelű mintatest abszolút áteresztőképessége 610 mD értékű lett.



39. ábra: A T-385 jelű minta látszólagos permeabilitásának változása az utókezelés ideje alatt a mintatest alján (piros) és tetején (kék)

8.6 Mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállításából és vizsgálataiból levonható következtetések

A tervezett vizsgálatok lefolytatásának eredményeképpen, jellemzően stabil szerkezetű mesterségesen konszolidált kőzetmagok kerültek előállításra. A gyakorlatilag korlátlan mennyiségben rendelkezésre álló nem rezervoárból származó alapanyag felhasználásával készült szintetikus kőzetmagok különböző szemcsemérettel, és változó cement-víz arány mellett, valamint eltérő mértékű nyomáson tartással is sikeren előállíthatóak. Az adott frakción belül legyártott mintatestek cement-víz arányának változtatása nem okoz számottevő változást a poroperm értékek tekintetében. A 63-110 mikrométeres szemcsék felhasználásánál kimutatható, hogy kevesebb vízmennyiséggel kisebb áteresztőképesség érhető el. A 110-150 mikrométeres tartományban ez fordítottan jelentkezik, azaz a kevesebb víz nagyobb áteresztőképesség értékeket eredményez, melynek mértéke itt sem számottevő. A legnagyobb szemcsék használata esetében (150-200 µm) a vízmennyiség változtatásával nem állapítható meg egyértelműen a poroperm értékek változásának trendje. A készítés során alkalmazott nyomás mértéke azonban jelentősen befolyásolja az adott szintetikus mintatest petrofizikai paramétereit (11. táblázat). A legkisebb vázalkotó szemcsék esetén (63-110 μm) a porozitás értéke 23,10%-tól 29,63%-ig terjed, ahol az abszolút permeabilitás értékek minimuma 4,2 mD, míg maximuma 65,0 mD volt. A kvarcdús alapanyag 110-150 mikrométeres tartományú részéből készült modellanyagoknál a porozitás értékek 20,02-31,63% közöttiek, míg az abszolút áteresztőképességek 205-1412 mD között változnak. A legnagyobb szemcseméretű nyersanyag felhasználásával a porozitás 22,03%-tól 29,21%-ig terjed, 481-3101 mD abszolút áteresztőképesség mellett.

Szemcseméret	Porc	ozitás	Absz. permeabilitás		
(μm)	(%	6)	(m	nD)	
	Minimum	Minimum Maximum		Maximum	
63-110	23,10	29,63	4,2	65	
110-150	20,02	31,63	205	1412	
150-200	22,03 29,21		481	3101	

11. táblázat: A nem rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok poroperm értékei

Ezek alapján eredményül elmondható, hogy ezzel az alapanyaggal egy igen széles tartományban lehetséges a mesterségesen konszolidált kőzetmagok előállítása mind porozitás, és mind abszolút permeabilitás szempontjából. Úgy gondolom, további jó eredménynek számít, hogy egy adott összetétel és előállítási körülmény során kapott mintatestek poroperm értékei egy szűk tartományt határolnak. Így kijelenthető, hogy a kidolgozott eljárással megvalósítható a reprodukálható minták előállítása. A 65 és 205 mD közötti abszolút permeabilitás tartomány nagy valószínűséggel elérhető a 110-150 mikrométeres szemcsékkel úgy, ha az alkalmazott nyomás nem éri el a 200 bar-t. A kőzetfizikai paraméterek változtatása tehát egyrészt a hozzáadott alapanyagok arányával, másrészt a technológia egyéb tényezőivel, mint például a nyomáson tartás mértékével befolyásolható. Ezen lehetőségek száma azonban véges, főleg abban a tekintetben, hogy szem előtt kell tartani a mesterséges kőzetmag a természeteshez minél nagyobb fokú hasonlóságát.

Annak érdekében, hogy a porozitás és a permeabilitás értékek mellett más paraméterekben is megfeleljen a természetes kőzetmag értékeihez képest, új módon közelítettem meg a porózus kőzetmagok tulajdonságainak a befolyásolhatóságát. A nem rezervoár alapú minták egy részét a nyomás alóli kivétel után egy túlnyomásos, széndioxiddal töltött tartályba helyeztem, ahol relatív páratartalom legalább 98% volt. A reakció következtében egy megváltozott szerkezetű mintatest típus jön létre. Eredményül elmondható, hogy a két héten keresztül CO₂-al kezelt minták porozitás értékei nagyobbak, mint a két hétig ugyanabban a párakamrában tartott kőzetmagoké. Külön kiemelendő, hogy az abszolút és effektív áteresztőképesség értékek a nagyobb pórustér ellenére is jelentősen kisebbek lettek. A köztes tartományoknál (azaz az egy hét páradús (RH > 98%) környezet és egy hét CO_2 , vagy egy hét CO_2 és egy hét páradús környezet (RH > 98%) variációknál), a petrofizikai paraméterek értékei attól függnek leginkább, hogy az utókezelés kezdeti körülményei milyenek voltak. Így például az egy hét páradús (RH > 98%) környezet és egy hét CO₂ kezelésnél a kapott porozitás és permeabilitás értékek jobban illeszkednek azon minták értékeihez, melyeket kizárólag párakamrában (RH > 98%) tartottam. A lefolytatott mérések alapján igazolható, hogy a kezdeti utókezelési körülmények alapvetően meghatározzák a mintatestek poroperm értékeit. A kőzetcentrifugás mérésekkel kimutatható, hogy a tapadóvíz telítettség nem változik jelentősen a CO₂ kezelés hatására.

A *rezervoárból származó* alapanyagból készített mesterségesen konszolidált kőzetmagoknál kisebb nyomóerő alkalmazása is elegendő volt a nem rezervoár alapanyagból előállított mintatestek kőzetfizikai paramétereinek az eléréséhez. A 120 és 180 bar nyomóerővel minimum 54 mD és maximum 437 mD abszolút áteresztőképességű kőzetminta érhető el, ahol a legkisebb porozitás érték 26,48%, míg a legmagasabb 34,39% volt. Ugyanakkor megjegyzendő, hogy a 120 bar nyomóerő tekinthető egyfajta minimum

értéknek, mivel ezzel a nyomással előállított kőzetmagok gyengén konszolidáltak és bemérésük csak fokozott odafigyelés mellett valósulhatott meg. Az alkalmazott nyomás időfüggésének megfigyelése során arra a következtetésre jutottam, hogy a jellemzően 9 órán át nyomáson tartott minták petrofizikai paraméterei hasonló eredményeket adnak, mint azok amelyek 14-15 órán át voltak kitéve ugyanannak az erőhatásnak. Ezzel megállapítást nyert azon feltételezés, mely szerint a nyomáson tartás ideje lerövidíthető. A teljes előállításhoz szükséges idő is csökken, illetve elvi lehetőség adódik, hogy egy nap alatt kettő minta készítésére kerüljön sor ugyanazon nyomópréssel, úgy hogy a kapott minták kőzetfizikai paraméterei hasonlóak lesznek. Ehhez szükség van a gyártási és mérési folyamatok további részében a változatlan körülmények biztosítására. Ugyanakkor az előállítás gyakorlati szempontjai alapján - úgymint előkészítés, szerelés, nyomásfokozás, és nyomásontartással történő előállítás.

A *rezevoár alapú* különböző nyomóerők alkalmazása mellett különböző környezeti körülményekkel is megkíséreltem befolyásolni a mesterségesen konszolidált kőzettestek petrofizikai paramétereit. A különböző ideig és változó utókezelési fázisban ható széndioxid dús környezet hatására sikerült megváltoztatni az átlagos pórustorok méretét, illetve a mikromakropórusok arányát. A rezervoár homokból előállított szintetikus kőzettestek porozitás és nitrogén gázzal mért abszolút permeabilitás értékei nem változtak jelentősen, ezen értékek egy szűk tartományt határolnak (12. táblázat).

Minto	linto		Permeabilitás		Ρότι	ısok	Átlagos pórustorok
száma Készítés módja		roiozitas	Abszolút	Effektív	Makropórus	Mikropórus	átmérő
		(%)	(mD)	(mD)	(%)	(%)	(µm)
T-275	4 hét pára	32,99	345	139	53,16	46,84	8,538
T-277	2 hét pára → 2 hét CO_2	33,19	395	163	52,66	47,34	9,774
T-279	2 hét $CO_2 \rightarrow 2$ hét pára	31,81	321	175	58,25	41,75	11,321

12. táblázat: A rezervoár alapanyagból készült kőzetmagok petrofizikai paraméterei különböző utókezelés szerint

A szintetikus rétegvízzel mért effektív áteresztőképességben sem tapasztalható jelentős változás, azonban megfigyelhető, hogy a legkisebb abszolút permeabilitáshoz tartozó értékhez társul a legnagyobb effektív áteresztőképesség. Ez akkor lehetséges, ha a pórusrendszerben áramló folyadék nagyobb átlagos pórustorok átmérőn képes keresztülhaladni változatlan nedvesítési tulajdonságok mellett. Ezt az összefüggést igazolta

a higanyos porozimetriai mérés, amely alapján látható, hogy a 8,538 mikrométerről (T-275) 11,321 mikrométerre (T-279) emelkedett az átlagos pórustorok átmérő.

Ha összehasonlítjuk a rezervoár alapanyagból készített mintatesteknek a kőzetfizikai paramétereit a nem rezervoárból származó alapanyagból előállított minták ilyen jellegű mérési eredményeivel, akkor azt tapasztaljuk, hogy a CO₂ dús környezet eltérő mértékben és módon befolyásolja az említett jellemzőket. A rezervoár alapanyagú kőzetmagok esetében kismértékű porozitás és abszolút permeabilitás csökkenés látható (12. táblázat), míg a nem rezervoár nyersanyagból készült minták esetében is kimutatható a porozitás növekedése, azonban a nitrogén gázzal mért áteresztőképesség csökkenés ez utóbbiaknál jelentős mértékű (6. táblázat). Az effektív permeabilitás adatok szempontjából, is különbség figyelhető meg a CO₂ gáz hatása kapcsán. Míg a rezervoár alapú minták esetében kismértékű javulás, addig a Lasselsberger homokból készült mintáknál jelentős mértékű csökkenés figyelhető meg. A kapott adatokból az következik, hogy a korai CO₂ utókezelés hatékony módszere lehet a makropórus arány növelésének, a rezervoár alapanyagú mersterségesen konszolidált kőzetmintáknál. Míg a külszíni bányából származó alapanyaggal készült kőzetmintáknál a kismértékű porozitás változás mellett nagyon hatékony abszolút és effektív áteresztőképesség csökkenés érhető el.

A *rezervoár alapanyagú* kőzettestek befolyásolni kívánt paramétereinek a harmadik lehetséges módja adalékanyagok hozzáadásával valósítható meg. A lefolytatott mérések eredményeképpen megállapítható, hogy a NaCl, KCl, és CaCl₂ - mint adalékanyagok - 1 és 3 térfogatszázalékban történő hozzáadásával kimutatható módon változtatható (13. táblázat). Mind a három anyaggal hatékonyan növelhető a porozitás. Az adalékmentes mintatest 26,8% héliummal mért pórustérrel rendelkezik, ami így 28,9-30,2%-ra növelhető ezekkel az anyagokkal. Az adalékanyagok módosító hatása az abszolút áteresztőképesség-változás szempontjából azonban igencsak eltérő.

			Mesterségesen konszolidált kőzetminta						
Kőzetfizikai	Mérték-	Természetes	ä	Adalékanyaggal előállított cement alapú					
tulajdonság egység		homokkő	Cement alapú	NaCl (1V/V%)	NaCl (3V/V%)	KCl (1V/V%)	KCl (3V/V%)	$CaCl_2$ (1V/V%)	$CaCl_2$ (3V/V%)
Porozitás	(%)	29,68	26,8	28,9	29,7	30,2	29,7	29,4	30,2
Absz. permeabilitás	(mD)	478	155	70,1	44,1	161	303,7	114,7	261,7
Makropórus arány	(%)	69,42	44,9	33,8	9,1	38,2	27,0	35,2	41,1
Mikropórus arány	(%)	30,68	55,1	66,2	90,9	61,8	73,0	64,8	58,9

13. táblázat: Adalékanyag hozzáadásával készült rezervoár alapanyagú kőzettestek kőzetfizikai paraméterei

A NaCl használata esetén a mikropórusok arányának jelentős növekedése a kezdeti 30,68%-ról 90,9%-ra történő emelkedése miatt, abszolút permeabilitás csökkenés tapasztalható, a porozitás növedékese mellett. A KCl ugyan az elvárt irányba befolyásolja a vizsgált kőzetfizikai paramétereket, de a mintatest állagát túlságosan lerontja. A CaCl₂ (3 V/V%) használatával hatékonyan tudtam megnövelni a mintatest abszolút permeabilitását, amit - a makropórusok arányának megtartása mellett - az áltagos pórustorok átmérő növelésével értem el.

Úgy gondolom, hogy a kőzetmag konszolidálási módszer kifejlesztése során az egyik legjobb eredmény az, hogy a létrejövő kőzetmagok abszolút permeabilitásának az értéke előrejelezhető már az előállítás korai szakaszában is. A PPP-250 mobil permeaméter segítségével végzett mérésekből kapott látszólagos áteresztőképességek eredményei jól illeszkednek az API szerinti abszolút permeabilitás értékekhez a felhasznált alapanyagok fajtájától függetlenül (14. táblázat). Az eltérés mértéke a különböző áteresztőképesség tartományokban más és más. A mérési adatok alapján a legpontosabban előrejelezhető a 2000 mD feletti permeabilitással rendelkező mintatestek, míg az előrejelzés bizonytalansága az 1300-1800 mD-s közötti tartományban a legnagyobb. Az eltérés az előbbinél mindössze 1,2-6,1%, míg utóbbinál 26,9-28,0%. Technológiai szempontból ez azt jelenti, hogy egy kifejleszteni kívánt kőzetminta típus elérésére szánt idő is lecsökkenthető. A gyors beavatkozás lehetősége miatt minimalizálható a nem megfelelő mintatestek száma, a mérőeszközök leterheltsége, valamint a mérések elvégzéséhez szükséges munkaórák száma.

Minta	Látszólagos per	rmeabilitás (mD)	Abszolút	Eltéré	ės (%)
száma	Kőzetmag teteje	Kőzetmag alja	permeabilitás (mD)	Kőzetmag teteje	Kőzetmag alja
T-367	186	193	163	14,1	18,4
T-373	216	200	210	2,9	4,8
T-379	2402	2517	2373	1,2	6,1
T-381	1720	1734	1355	26,9	28,0
T-385	697	558	610	14,3	8,5

14. táblázat: A mesterségesen konszolidált kőzetmagok látszólagos permeabilitás értékei, és azok eltérése az abszolút áteresztőképességtől

9. Kiszűrődés-vizsgálat kőzetmagok felhasználásával

9.1 Az OFITE 17-50-1 mérőműszer átalakítása a kőzetmagokon történő folyadék veszteség vizsgálatokhoz

Az öblítő folyadékok rétegkárosító hatásának a kőzetmagokon történő megfigyelése már korábbról ismert (Rahman és Marx 1991, Di Jiao és Sharma, 1992, Xinghui és Faruk, 1996). Az ilyen jellegű vizsgálatok lefolytatására szükség van egy olyan mérőberendezésre, amely az API ajánlásban meghatározott szűrőpapír és kerámia korong helyett a kőzetmagokon, mint modellanyagokon lefolytatható. Ilyen például a korábban említett Core Lab gyártmányú FDS (Formation Damage System) - 1000-200 megnevezésű mérőeszköz. Ilyen, vagy ehhez hasonló mérőműszer hiányában szükség volt egy meglévő eszköz átalakítására úgy, hogy az alkalmas legyen az általam gyártott szintetikus kőzetmagok és a természetes kőzetmagok 6,98 cm (2,75 in) \pm 0,1 cm (0,039 in) hosszúságú és 3,81 cm (1,5 in) ± 0.05 cm (0.01968 in) átmérőjű mintatesteinek (40. ábra; a.) a befogadására. Az átalakítandó mérőműszer a Miskolci Egyetem, Kőolaj- és Földgáz Intézetében található OFITE 17-50-1 mérőeszköz volt, amely gyárilag csak szűrőpapíron vagy kerámia korongon történő kísérletekhez alkalmas. A mérőberendezéshez tartozó nagynyomású cella belső átmérője túl szűknek bizonyult az általam elképzelt mérési elrendezés megvalósításához, ezért egy új cella legyártatása vált szükségessé (40. ábra; c. és Melléklet I.). A megtervezett alkatrészek közül ez a nagynyomású cella külső átmérője megegyezik a gyári nyomástartó edény külső átmérőjével, de a cella egyik végén nagyobb átmérőjű a cella furata, azaz vékonyabb falvastagsággal rendelkezik a gyárihoz képest. Ebbe az újonnan kialakított térrészbe már belefér egy általam elgondolt és legyártatott magbefogó belső cella (40. ábra; b. és Melléklet II.). A felbővített furat miatt szükséges volt egy új végdugó legyártatása is (40. ábra; d. és Melléklet III.), míg a túlsó oldalon a gyári végdugó használatos. Az új cella hosszabb lett a gyári cellánál annak érdekében, hogy dinamikus kiszűrődés-vizsgálatokat is el lehessen ezen az átalakított eszközön végezni. A nyomástartó cella hosszának a módosítására azért volt szükség, mert a gyári tartozéknak számító keverőszár olyan mélyre ér be a cellába, hogy az alá már nem fér el egy 6,98 cm $(2,75 \text{ in}) \pm 0,1$ cm (0,039 in)hosszúságú kőzettest.

Az így kialakított új mérési elrendezéssel a tervezett mérések elvégezhetőek voltak az alábbi összeszerelési sorrend alapján: a kőzetmagot egy gumiköpenybe kell helyezni, majd a két kőzetmag befogó közé kell tenni. A teflon tömítések behelyezése következik, amely a magbefogó cella két fele közé kerül (40. ábra b.). Ezekkel a tömítéssekkel kiegészült belső szerkezeti egység összecsavarozás következik. Az O-gyűrűk felhelyezését követően ez az összeszerelt belső részegység a nagynyomású cellába helyezhető. A mérés folyamata a továbbiakban megegyezik a szűrőpapíros vagy a kerámia korongos mérési eljárással.



40. ábra: Mérési elrendezés az egyedi gyártású nagynyomású cellában

A vizsgálatok során felhasznált fúrási folyadékok több magyarországi fúráspontról származnak, illetve laboratóriumi körülmények között kevert úgynevezett nyers fúrási folyadék is felhasználásra került. A nyers iszapnak olyan öblítőfolyadékokat értünk, amelyek fúrási művelet során nem kerültek alkalmazásra, így azokat a réteghőmérsékletű hőhatás sem érte.

9.2 Kiszűrődés-vizsgálat bentonitos iszappal, réteghőmérsékleten

Az első kiszűrődés-vizsgálatoknál laboratóriumban kevert nyers fúrási folyadékot, valamint természetes kőzetmagokat használtam, ahol azt kívántam megvizsgálni, hogy a képződményben mélyített lyukfal környezetében kialakult úgynevezett elárasztott térrész, azaz csökkent áteresztőképességű zóna (skin zone), milyen mértékű károsodást szenved az idő (vagyis az átsajtolt folyadék) függvényében. Úgy is mondhatjuk, meg kívántam

határozni, hogy mekkora az a folyadékveszteség, ahol már a kőzetmagban okozott permeabilitás változás nem regeneratív/regenerálható. Ennek jelentősége tehát kettős: egyrészt lehetővé teszi egy egységes mérési protokoll kialakítását, másrészt segít jobban megismerni az adott fúrási folyadék földtani formációra gyakorolt hatását. Mivel célul tűztem ki, hogy a lyuktalpi viszonyokat a lehető legjobban szimuláljam, így ezt a mérési folyamatot kiválasztott réteghőmérsékleten végeztem el, 94 °C-on (201,2 °F). A differenciális nyomás a kőzet két oldalán 15 bar (217,56 psi) volt. Megítélésem szerint ez a túlnyomás egy olyan érték, amely ismert szénhidrogén tartalmú rétegek átfúrását követő statikus állapotú nyitott lyukszakaszban is előfordulhat.

A folyadék elkészítésekor elsőként a szükséges desztillált vizet mértem be a keverő tartályba, majd folyamatos keverés közben az előre kimért bentonitot és baritot adagoltam hozzá 15-20 g/min sebességgel. Az előzetesen feloldott lúgkő, és a többi adalékanyag hozzáadását követően további harminc percig kevertem a Chandler Engineering 30-70-1 típusú keverővel 4000 s-1 fordulatszámon a reológiai paraméterek meghatározása előtt. Az iszap elkészítéséhez az alábbi összetevőket használtam fel (15. táblázat).

	Felhasznált
Felhasznált anyagok	mennyiség
	gramm/liter
Bentonit	35
NaOH	1
CMC CP030	5
CMC CP5000	1
Gipsz	15
Polydrill	4
Polythin	3
Barit	400

15. táblázat: A fúrási folyadék elkészítéséhez használt anyagok és azok mennyiségei

Ennek a fúrási folyadéknak a reológiai tulajdonságait laborhőmérsékleten 25 °C-on (77 °F), és atmoszférikus nyomáson (1012 mbar; 14,68 psi) mértem, amelyhez egy rotációs viszkozimétert (Fann 35) használtam API ajánlásnak megfelelően (API RP 13-B-1). A kapott értékek a 16. táblázatban kerültek összefoglalásra. A kapott adatok R1 rotor, B1 bob és F1 torziós rugóval használatával kerültek rögzítésre, azaz a közölt reológiai paraméterek meghatározásához nem volt szükség előzetes átszámításra a leolvasott Fann értékek kapcsán.

Tulajdonságok	Hőmérséklet Nyomá		Érték	Mértékegység
Sűrűség	22 °C	1018 mbar	1,30 (10,85)	kg/dm ³ (ppg)
Plasztikus viszkozitás	22 °C	1018 mbar	37	cP
Folyáshatár	22 °C	1018 mbar	20,95 (41)	Pa (lb/100 ft ²)
Gélerősség 10 mp	22 °C	1018 mbar	1,53 (3)	Pa (lb/100 ft ²)
Gélerősség 10 perc	22 °C	1018 mbar	3,07 (6)	Pa (lb/100 ft ²)

16. táblázat: A fúrási folyadék API 13B-1 szerint végzett reológiai tulajdonságai.

A természetes kőzetek kiválasztásánál a cél az volt, hogy azok kőzetfizikai paraméterei hasonlóak legyenek az eredmények jobb összehasonlíthatóságának érdekében. A rendelkezésre álló természetes homokkövek közül nagy áteresztőképességű kőzeteket választottam ki a vizsgálathoz azért, hogy a permeabilitás csökkenés és az esetleges permeabilitás javulás a visszaáramoltatás során egyértelműbben azonosítható legyen. Elsődlegesen az effektív (szintetikus rétegvízzel történő) áteresztőképesség értékek hasonlóságára törekedtem. A kiválasztott természetes homokkövek petrofizikai tulajdonságait a 17. táblázatban került összefoglalásra. Ezeknek a kőzetmintáknak az effektív permeabilitása a kiszűrődés-vizsgálat előtt 697 mD és 936 mD közötti értékeket mutatott, valamint a nitrogén gázzal mért abszolút áteresztőképessége, és a hélium gázzal mért porozitás értékek is viszonylag szűk intervallumban változott.

Átsajtolt mennyiség Minta ф_{Не} фw kg Vminta Vmatrix Vp_He V_{p_w} kw száma (%) (mD) (cm^3) (cm^3) $Elméleti(cm^3)$ (%) (mD) (cm^3) (cm^3) Tényleges (cm³) 32,86 29,96 1301 842 73,10 49,08 24,02 21,9 21,90 22,20 26 27 33,12 30,53 1333 697 77,66 51,94 25,73 23,71 17,78 18,10 28 30,95 27,93 1352 936 77,70 53,65 24,05 21,70 10,85 11,50 29 32,70 29,03 77,65 22,54 1368 821 52,26 25,39 5,64 5,80

17. táblázat: A nagy áteresztőképességű mintatestek kőzetfizikai tulajdonságai

ahol,

ф _{He}	Porozitás héliumos poroziméterrel (%)
фw	Porozitás rétegvizes telítéssel (%)
kg	Abszolút permeabilitás (mD)
k _w	Effektív permeabilitás (mD)
V _{minta}	A mintatest térfogata (cm ³)
V _{matrix}	A mintatest vázszerkezetének térfogata (cm ³)
V _{p_He}	A mintatest héliummal mért pórustérfogata (cm ³)

 V_{p_w} A mintatest vizes újratelítéssel mért pórustérfogata (cm³)

Mivel a kiválasztott kőzetmagok petrofizikai paraméterei alapján a nagy áteresztőképességű kőzetek intervallumába esnek, azok nem egyformák, így a méréshez szükséges idő is változó volt. A szükséges mérési időtartamot az egyes mintatestekhez tartozó vizes porozitás (V_{p-W}) alapján határoztam meg, annak érdekében, hogy a pórusrendszer elárasztása lehetőleg egyező mértékű legyen az egyes összehasonlító mérések során. A kiszűrődés-vizsgálatot úgy végeztem el - például a Minta 26 jelű kőzetmag esetében -, hogy az összegyűjteni tervezett szüredék mennyisége megegyezzen a vizes pórustérfogattal. Ez számszerűen 21,90 ml-t jelentett, azonban a mérés során a felfogott teljes szüredékmennyiség 22,00 ml lett. Ennek az az oka, hogy a 21,90 ml összegyűjtött szüredékmennyiségnől a megszüntetni kívánt túlnyomás annyi időt vett igénybe, hogy a tervezett mennyiségtől 0,1 ml-el több szüredék keletkezett. A további mérések során, azaz a 75%, 50% és 25% pórustérfogatnyi szüredékmennyiségek összegyűjtésével kapcsolatosan is hasonlóan jártam el. Természetesen a legkevesebb időre a vizes pórustérfogat 25%-ával megegyező mennyiségű szüredék elérésekor volt szükség. Az 50, és 75%-nyi szüredékmennyiség összegyűjtése egyre több és több időt vett igénybe.

A 41. ábra a természetes kőzetmagok, valamint a szűrőpapíros mérés során kapott szüredék mennyiségeket mutatja az idő függvényében. A szűrőpapíros mérést a szabványnak megfelelően 30 percen keresztül végeztem, 6,97 bar (100 psi) túlnyomással, és 25 °C (77 °F) hőmérsékleten, az API szabvány ajánlása szerint. Eredményül a mérés végén 5,7 ml szüredéket kaptam. Ez a mennyiség a 90 mm (3,54 in) átmérőjű szűrőpapíron keresztül képződött, ami közvetlenül nem összehasonlítható a 3,81 cm $(1,5 \text{ in}) \pm 0,05 \text{ cm} (0,01968 \text{ in})$ átmérőjű kőzetmagokéval kapott eredményekkel. Ezért ezt az értéket átszámolva a kőzetmintákkal megegyező felületre, a szűrőpapíros vizsgálatkor kapott szüredék mennyiség 1,02 ml volt 30 perc elteltével. A kőzetmagokon, és a szűrőpapíron történt mérések során kapott szüredék görbéi két szakaszra bonthatóak: egy kezdeti meredekebb szakaszra, majd egy töréspont után egy mérsékelten és egyenletesen emelkedő szakaszra. A görbék meredekebb, első szakasza a folyamat azon része, amikor az iszaplepény még nem alakult ki, így az nem tudja hatékonyan megakadályozni a szüredék kiáramlását. A görbe töréspontja annak az állapotváltozásnak a kezdőpontja, amely időponttól az iszaplepény áteresztőképessége eléri azt az értéket, amelynél a kezdeti folyadék-kiszűrődés (spurt loss) sebessége lecsökken. A szűrőpapíros mérés esetén ez a töréspont sokkal hamarabb következik be, mivel ennek a modellanyagnak nincs mélységbeli kiterjedése, így

76

pórusrendszere sem, ezzel visszatartva a teljes szilárdanyag tartalmat. Tehát az iszapban lévő részecskék azonnal fennakadnak a szűrőpapír felületén, és elindul az iszaplepény képződés. Az ily módon gyorsabban létrejövő iszaplepény hatékonyan lassítja az átáramlást. Ezzel szemben a kőzetmintákon végzett kiszűrődés-vizsgálatnál ez a töréspont sokkal később következik be. Aminek az a feltételezhető oka, hogy a kőzetmagok pórustere mintegy pufferzóna működik lelassítva ezzel a lepényképződés folyamatát. A kőzetben rendelkezésre álló pórusrendszer kezdetben hatékonyan elvezeti az iszap szilárdanyag tartalmának egy részét is, egészen addig, amíg a kialakuló iszaplepény el nem látja elsődleges feladatát.



41. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és a vizsgált természetes magmintákon baritos-bentonitos folyadék használatakor

A kiszűrődés mennyisége egyetlen kőzetmintánál sem állandósul egy adott szintre. A kőzetmintákhoz tartozó szüredékmennyiségek változása, azaz a görbék lefutása hasonló minden esetben. Azonban alapvető különbség van a szűrőpapíros és az általam kidolgozott módszerrel képződött iszaplepények tulajdonságai között. Az API szabvány szerint képződött iszaplepény 1,2 mm vastagságú, és laza szerkezetű. A természetes kőzetek felületén képződött iszaplepény vastagsága az idő függvényében változik a szűrőpapírhoz hasonlóan. A vizes pórustérfogat 25%-ával megegyező mennyiségű szüredéket produkáló kőzetmintánál nem alakult ki iszaplepény. A vizes pórustér 50, 75 és 100%-ával megegyező

szüredéket eredményező mintatesteknél az iszaplepény már kialakult, és szerkezetüket tekintve két különböző réteg különíthető el. Egy felső réteg, amely laza szerkezetű, géles állagú, ami körülbelül 1 mm vastag, valamint egy alsó réteg amely sokkal konszolidáltabb és anyagszerű szerkezetű, továbbá körülbelül 4-5 mm vastag, amely jelenség megegyezik a szakirodalom tapasztaltakkal (Mahmoud és társai, 2018).

Jelen vizsgálatban a szüredékképződés első szakaszában a szüredék iszappal szennyezett, zavaros (42. ábra). Ennek az az oka, hogy az iszaplepény kialakulásáig az iszap kisméretű szilárd részecskéi (például bentonit) akadálymentesen áramolhat a mintatest pórusterébe, mivel a felhasznált nagy áteresztőképességű kőzetmintáknál az áramlásban résztvevő csatornák pórustorkai nagyobbak, mint a fúrási folyadék szilárdanyagtartalmát alkotó adalékanyagok átmérője. Ez a jelenség mind a négy mintánál megfigyelhető volt. A 75 és 100%-os vizes pórustérfogattal megegyező szüredékmennyiségek esetében a fokozatosan kialakuló iszaplepény hatására a szüredék is kitisztult.



42. ábra: Fokozatosan tisztuló szüredék

A kőzetmagokon történő kiszűrődés-vizsgálat esetén, a szüredék intrúziót követő mérésekkel további értékes adatok és következtetések nyerhetők. Így meg tudtam állapítani a különböző ideig tartó folyadékveszteséges vizsgálatok után a maradó permeabilitást. Ez ellenáramú folyadék besajtolással érhető el, ahol az ismételt effektív áteresztőképesség mérés változatlan körülmények között zajlott az első beméréshez képest.

A Minta 26 jelű mintánál a kumulált szüredék mennyisége megegyezett a mintatest vizes porozitásának értékével (22,54*1,00=22,54 cm³). Ezt azt jelenti, hogy a mintatest pórusrendszere nagyrészben feltöltődött a fúrási folyadékból keletkezett szűrleménnyel. A 43. ábrán a kezdeti majd a kiszűrődés-vizsgálatot követő újonnan megmért effektív

permeabilitásból származó adatok ábrázolása történt. Az áteresztőképesség változása jól látható a mérési folyamatban. A kezdeti 842 mD-n meghatározott effektív áteresztőképesség, az 50 ml/órás visszaáramoltatás során körülbelül 500 mD-ról indul és folyamatos áteresztőképesség csökkenés figyelhető meg az első egy órában. Végül tíz pórustérfogatnyi szintetikus rétegvíz átáramoltatását követően 425 mD-n állandósult a "vizes" permeabilitás, ami 49,5% áteresztőképesség csökkenést jelent ((1-425/842)*100).



43. ábra: A Minta 26 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

A kiszűrődés-vizsgálat a második kőzetmag esetében (Minta 27) addig tartott, amíg a szüredékmennyiség el nem érte a vizes pórustérfogat 75%-át. A Minta 26 jelű kőzetmaghoz hasonlóan ennél a kőzetmagnál is tapasztalható a kismértékű áteresztőképesség csökkenés a visszaáramoltatáskor (44. ábra). A maradó permeabilitás érték 274 mD értéknek adódott, amely 58,1%-os áteresztőkpesség csökkenést jelent.



44. ábra: A Minta 27 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

A harmadik minta (Minta 28) vizsgálata ugyanazokon az eszközökön és körülmények között zajlott, mint amelyek az előző két mintatest esetében is adottak voltak. Ennél a kőzetmintánál az iszap behatolási mélysége a vizes porozitás körülbelül 50%-a volt (21,7 * 0,50 = 10,85 cm³). A kumulált szüredék mennyisége itt is néhány tized milliliterrel több lett. A visszamérés során áteresztőképesség romlás vagy javulás sem tapasztalható a tíz pórustérfogatnyi szintetikus rétegvíz átsajtolását követően (45. ábra). A kezdeti effektív áteresztőképességhez viszonyítva a romlás mértéke (1-505/936=) 46,0%.



45. ábra: A Minta 28 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után.

Az utolsó mintánál (Minta 29) az összegyűjteni tervezett szüredék mennyisége a vizes pórustérfogat 25%-a volt, amely a vizes pórustérfogatból számítva (22,54 * 0,25 =) 5,64 cm³. A ténylegesen összegyűjtött szüredék mennyisége 5,8 ml volt. A maradó permeabilitás meghatározásához szükséges visszaáramoltatás során lassú, de folyamatos áteresztőképesség javulást figyeltem meg a kezdetektől. A második effektív permeabilitás mérés során az automata mérésből származó adathalmaz kezdő értéke 259 mD volt, míg az utolsó adatponthoz tartozó áteresztőképesség 366 mD értéket mutatott (46. ábra). Ezzel a kezdeti 821 mD áteresztőképsségű kőzetmag permeabilitás romlása (1-259/821=) 68,4%-ról 55,4%-ra javult.



46. ábra: A Minta 29 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

9.3 Kiszűrődés-vizsgálat nagy áteresztőképességű természetes kőzetmagokon tárolóvédő folyadékkal

Az ebben a fejezetben bemutatásra kerülő mérési sornak a célja az volt, hogy összehasonlítsam a korábban használt baritos-bentonitos fúrási folyadék, és a tárolóvédő fúrási folyadék - kiszűrődés okozta – permeabilitás csökkenését. Ennek megfelelően itt is a vizes porozitásból számított különböző mennyiségű szüredék mennyiségek összegyűjtését terveztem.

A magyarországi fúráspontról származó tárolóvédő folyadék reológiai tulajdonságait az alábbi táblázat tartalmazza (18. táblázat). A korábban használt folyadékkal összehasonlítva

ez az iszap 1,3 kg/dm³ helyett 1,1 kg/dm³ sűrűséggel rendelkezik, valamint számottevő eltérés mutatkozik a folyáshatárt illetően is. A megelőző vizsgálat során a bentonitos folyadék folyáshatára 20,95 Pa (41 lb/100 ft²) volt, ami jelen esetben 11,24 Pa (22 lb/100 ft²) értéket mutat. A tixotróp tulajdonságok bemutató gélerősségek tekintetében is magasabb értékek jellemzik a bentonit alapú fúrási folyadékot.

Tulajdonságok	Hőmérséklet	Nyomás	Érték	Mértékegység
Sűrűség	25 °C	1012 mbar	1,10 (9,18)	kg/dm ³ (ppg)
Plasztikus viszkozitás	25 °C	1012 mbar	23	cP
Folyáshatár	25 °C	1012 mbar	11,24 (22)	Pa (lb/100 ft ²)
Gélerősség 10 mp	25 °C	1012 mbar	2,56 (5)	Pa (lb/100 ft ²)
Gélerősség 10 perc	25 °C	1012 mbar	4,6 (9)	Pa (lb/100 ft ²)

18. táblázat: A tárolóvédő folyadék reológiai tulajdonságai

A választott mintatestek jelen esetben is a rezervoárból származó természetes homokkövek voltak. A természetes kőzetmagok petrofizikai paramétereinek a meghatározása, valamint a kiszűrődés-vizsgálatok körülményei is változatlanok maradtak. Ennek megfelelően a jelen folyadékveszteség mérések is a kiválasztott réteghőmérsékleten, azaz 94 °C-on (201,2 °F) történtek, míg a kőzetre ható iszap túlnyomása továbbra is a 15 bar (217,56 psi) volt.

A kiválasztott mintatestek kőzetfizikai paraméterei hasonlóak, mint a bentonitos fúrási folyadék esetében kiválasztott természetes kőzetmagok ilyen vonatkozású értékei (19. táblázat). A korábbiakhoz hasonlóan itt is a számított 25, 50, 75 és 100%-nyi kumulált szüredékmennyiségek eléréséig terveztem végrehajtani az adott mérést.

Minta	ф _{Не}	фw	kg	k _w	V _{minta}	V _{matrix}	V _{p_He}	V_{p_w}	Átsajtolt	mennyiség
száma	(%)	(%)	(mD)	(mD)	(cm^3)	(cm^3)	(cm^3)	(cm^3)	Elméleti (cm ³)	Tényleges (cm ³)
30	31,20	27,59	1663	988	76,81	55,62	23,96	21,19	5,30	5,30
31	30,63	27,40	1246	870	75,84	55,06	23,23	20,78	10,39	10,40
32	33,09	22,56	1302	834	75,36	58,36	24,94	17,00	12,75	12,90
33	33,25	26,96	1087	836	78,02	56,99	25,94	21,03	21,03	21,30

19. táblázat: A nagy permeabilitású mintatestek kőzetfizikai tulajdonságai

ahol,

фне	Porozitás héliumos poroziméterrel (%)
фw	Porozitás rétegvizes telítéssel (%)
kg	Abszolút permeabilitás (mD)
k _w	Effektív permeabilitás (mD)
V _{minta}	A mintatest térfogata (cm ³)
V _{matrix}	A mintatest vázszerkezetének térfogata (cm ³)
V _{p_He}	A mintatest héliummal mért pórustérfogata (cm ³)
V_{p_w}	A mintatest vizes újratelítéssel mért pórustérfogata (cm ³)

A 47. ábrán a kőzetmagokon, és a szűrőpapíron történt mérések szüredék görbéi láthatóak, melyek eltérő jellegűek. Az API szerint ajánlott modellanyag tekintetében a kapott görbe hasonló a korábbi méréssel összehasonlítva, azonban a természetes kőzetmagokon történő vizsgálat során a kapott szüredék görbék nem követik ugyanezt a trendet. A jelen folyadék esetében a görbék meredeksége nem változott, tulajdonképpen egyenesként értelmezhető. A görbe töréspontja jelentené annak az állapotváltozásnak a kezdőpontját, amely időponttól az iszaplepény vastagsága eléri azt az értéket ahonnan a kezdeti nagy mennyiségű (kútoldali) folyadékvesztés megszűnik. Ennek hiányában nem meglepő, ho gy iszaplepény nem képződött azoknál a mintáknál, ahol a kumulált szüredék mennyisége 25 és 50% volt.



47. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és a vizsgált magmintákon tárolófolyadék használatakor

A további két minta esetében 1-1,5 mm vastagságú rendkívül laza szerkezetű iszaplepény kezdemény keletkezett. Az elérni kívánt szüredékmennyiségek tekintetében is jelentős eltérés mutatkozik a korábbiakhoz képest. Míg az előző folyadék esetében 3 óra 36 percre volt szükség a 20 ml szüredék összegyűjtéséhez, addig ebben az esetben ehhez elegendő volt alig több, mint 40 perc.

A kapott szüredékek egyetlen esetben sem tisztultak a mérés ideje alatt (48. ábra). Ez azt jelenti, hogy a vizsgálatok teljes ideje alatt látható mennyiségben jelen volt a fúrási folyadék szilárdanyagtartalmának egy része a szüredékben.



48. ábra: Kumulált szüredék tárolóvédő folyadék vizsgálatakor

A tárolóvédő folyadékkal elvégzett kiszűrődés-vizsgálat első mintájánál (Minta 30) az összegyűjteni tervezett szüredék mennyisége a vizes porozitás 25%-a (21,19*0,25=5,3 cm³) volt. Ténylegesen ezzel szinte megegyező szüredéket sikerült összegyűjteni. A kezdeti áteresztőképesség átlagértéke 988 mD volt, a kiszűrődés-vizsgálatot követően ugyanezen érték 288 mD-n került meghatározásra (49. ábra).



49. ábra: A Minta 30 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

A permeabilitás tehát (1-285/988) 71,15%-al csökkent a kezdeti értékhez képest. Ez az áteresztőképesség változás kedvezőtlenebb, mint a bentonitos iszap használatakor történt hasonló mértékű intrúzió után kapott adatokkal összehasonlítva. Az ellenirányú áramoltatás során viszont hasonlóságot mutat a permeabilitás javulása az idő függvényében (46 ábra). A bentonitos fúrási folyadéknál 68,4%-os effektív perembilitás romlásról 55,4%-ra javult, addig a tárolóvédő folyadékkal végzett mérésnél 78,03%-ról 71,15%-ra javult ugyanezen érték, amely 67 mD javulást jelent (217 mD-ról 284 mD-ra javult). A két görbe jellege azonban eltérő. Az első esetben (46. ábra; Minta 29) az áteresztőképesség javulása a visszaáramoltatás megkezdésétől folyamatos, míg a tárolóvédő folyadék használatát követően a kapott görbe három részre osztható. Az ellenirányú mérés kezdeti fázisában az áteresztőképesség permanensnek mondható, majd a második szakaszban egy meredekebb javulás következik be. Végül a harmadik szakaszban a permeabilitás javulása lelassul majd egy adott szinten állandósul.

A mérési sor második kőzetmintájánál (Minta 31) a tervezett szűrlet mennyisége a pórustér körülbelül felével volt azonos (20,78*0,5=10,39 cm³). Végeredményben a másodszor mért effektív permeabilitás átlagértéke 100 mD körüli értéket mutatott, ami (1-100/870=) 88,51%-os áteresztőképesség romlásnak felel meg. A "25%-os"

szüredékelárasztáshoz hasonlóan ennél a mérésnél is nagyobb mértékű volt permeabilitás változás mértéke a tárolóvédő folyadék használatakor (50. ábra).



50. ábra: A Minta 31 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

A második mérési sor harmadik homokkő mintájánál (Minta 32) az összegyűjtött szüredék mennyisége megegyezett a vizes porozitás 75%-ával (17,00*0,75= 12,75 cm³). A változatlan mérési körülmények mellett az áteresztőképesség csökkenése (1-65/834=) 92,21%, a kezdeti értékhez képest, ami rendkívül nagymértékűnek mondható. A permeabilitás romlás mértéke nem javult a visszamérés során (51. ábra).

A nagy áteresztőképességű homokövek utolsó kőzetmagjánál (Minta 33) a szüredék mennyisége egyenlő volt a vizes pórustérfogattal (21,03*1,00=21,03 cm³). Az áteresztőképesség csökkenése itt is igen nagymértékű, ami a számított értékek alapján (1-88/836=) 89,47%-os (52. ábra).



51. ábra: A Minta 32 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után



52. ábra: A Minta 33 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

9.4 Kiszűrődés-vizsgálat kis áteresztőképességű természetes kőzetmagokon tárolóvédő folyadékkal

A réteghőmérsékletű kiszűrődés-vizsgálatot kis áteresztőképességű rezervoárból származó homokköveken folytattam. A kőzetmagok ugyanabból a tárolóból kerültek kiemelésre, valamint a felhasznált folyadék is a korábban használt tárolóvédő folyadék (Drill-In fluid). A kiválasztott mintatestek elsődleges petrofizikai paraméterei jelentősen eltérnek az első két mérési sorban felhasznált mintatestekhez képest. Számszerűsítve a rétegvízzel mért áteresztőképesség értékek jelen esetben 18-38 mD kezdeti értékűek voltak, míg a korábbi vizsgálatnál ugyanezen permeabilitás érték 800-900 mD volt. A kiválasztott kőzetmagok petrofizikai tulajdonságait a 20. táblázat mutatja.

20. táblázat: A kis áteresztőképességű mintatestek kőzetfizikai tulajdonságai

Minta	ф _{Не}	фw	kg	k _w	V _{minta}	V _{matrix}	V _{p_He}	V_{p_w}	Átsajtolt mennyiség	
száma	(%)	(%)	(mD)	(mD)	(cm^3)	(cm^3)	(cm^3)	(cm^3)	Elméleti (cm ³)	Tényleges (cm ³)
34	28,59	26,41	88,84	37,17	77,36	55,25	22,12	20,43	5,11	5,10
35	25,92	25,16	78,39	18,65	77,94	57,74	20,20	19,61	9,80	10,10
36	23,57	21,83	108,20	29,71	79,19	60,52	18,67	17,29	12,96	13,20
37	29,89	26,30	151,50	32,97	79,15	55,49	23,66	20,82	20,82	21,20

ahol,

фне	Porozitás héliumos poroziméterrel (%)
фw	Porozitás rétegvizes újratelítéssel (%)
kg	Abszolút permeabilitás (mD)
kw	Effektív permeabilitás (mD)
V _{minta}	A geometriai forma térfogata (cm ³)
V _{matrix}	A mintatest vázszerkezetének térfogata (cm ³)
V _{p_He}	A mintatest héliummal mért pórustérfogata (cm ³)
V_{p_w}	A mintatest vizes újratelítéssel mért pórustérfogata (cm ³)

A vizsgálat során kapott szüredékgörbék jellege hasonlóságot mutat a korábbi tárolóvédő folyadékkal végzett mérésekkor kapott görbékkel (53. ábra). Ennek az az oka, hogy ezeknél a kisebb permeabilitású mintatesteknél sem alakult ki megfelelően az iszaplepény, amely hatékonyan le tudná csökkenteni a pórusrendszerbe áramló folyadék mennyiségét. A tervezett szüredékmennyiségek eléréséhez viszont több időre volt szükség. Míg korábban a vizes pórustérfogattal megegyező mennyiségű szüredék összegyűjtéséhez 44 perc volt szükség, addig jelen esetben ez a folyamat 81 percig tartott.



53. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és kis áteresztőképességű magmintákon tárolóvédő folyadék használatakor

További eltérés figyelhető meg a szüredékek színét illetően. A 54. ábra a 75%-nyi vizes pórustérfogattal megegyező mennyiségű szűrletet mutatja. Látható, hogy a mérés ideje alatt a keletkezett folyadék folyamatosan tisztul. Ez annak a jele, hogy a kialakuló iszaplepény egyre hatékonyabban képes megakadályozni a fúrási folyadék szilárdanyag tartalmának a kőzettesten keresztüli kiáramlását. Már az első 5 ml esetében is áttetszőbb a kapott szűrlet, mint amilyen a nagy áteresztőképességű kőzetmagoknál képződött.



54. ábra: A kis áteresztőképességű kőzetmagon keresztül nyert szüredék

Az adott mérési sor első mintájánál (Minta 34) a szüredékmennyiség a vizes pórustérfogat 25%-a volt. (Minta 34 szüredék = 20,43*0,25=5,11). Eredményül látható, hogy a 25%-os mélységű iszapelárasztás is jelentős mértékű áteresztőképesség csökkenést eredményezett. A kezdeti áteresztőképesség átlagértéke 37 mD volt, a kiszűrődés-vizsgálatot követően végül 10 mD körüli értéken határozható meg. Tehát a permeabilitás (1-10/37) 72,97%-al csökkent a kezdeti effektív permeabilitáshoz képest. A nagy áteresztőképességű kőzetmagokon mért 25%-os "iszaphatáshoz" hasonlóan itt is regeneratív folyamat a kiszűrődés-vizsgálatot követő effektív permeabilitás mérés. Látható tehát, hogy az ellenirányú áramoltatás során kőzetmag áteresztőképessége fokozatosan javul (55. ábra).



55. ábra: A Minta 34 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

A kis áteresztőképességű kőzetcsoport második mintatesténél (Minta 35) az összegyűjteni tervezett szüredék mennyisége a vizes porozitás fele volt. Új eredmény, hogy az ilyen mértékű "iszapszennyezés" hatására a permeabilitás változása nem permanens jellegű (56. ábra). A visszaáramoltatás során 80 ml átsajtolt mennyiséget követően az áteresztőképesség kismértékben javulást mutatott. Ilyen jellegű folyamatot eddig egyetlen "50%-os" szüredék behatolású mérésnél sem tapasztaltam. A változás kismértékű, de mérhető. Továbbá, a permeabilitás romlás mértéke kedvezőbb, mint amit a nagy

áteresztőképességű kőzetmagnál tapasztaltam hasonló mértékű szüredékelárasztás esetén. Jelen mérésnél (Minta 35) ez a változás a kezdeti áteresztőképességhez képest (1-8/20=) 60,00%, míg a nagy áteresztőképességű mintatestnél (Minta 31) ez (1-100/870=) 88,51% volt.



56. ábra: A Minta 35 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

A 75%-os mélységű szüredék beáramlást követő ellenirányú permeabilitás mérésnél tapasztalt regeneratív folyamat ebben az esetben is megmaradt (57. ábra). Valamint a kisebb áteresztőképességű mintatest (Minta 36) áteresztőképessége a kezdeti 29 mD értékről 8 mD-ra csökkent, ami 72,41%-os romlás jelent. Ez arányaiban kedvezőbb, mint a hasonló mértékben tesztelt nagyobb áteresztőképességű kőzetminta áteresztőképességének változása (92,21%).



57. ábra: A Minta 36 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

Az utolsó kis áteresztőképességű mintánál (Minta 37) az összegyűjtött szüredék mennyisége megegyezett a vizes porozitás 100%-ával. Az ellenirányú permeabilitás mérésnél a görbe lefutása hasonló jellegű, mint a Minta 34, 35, 36 esetében (58. ábra). Annak érdekében, hogy a kőzet pórusrendszerében lamináris áramlás jöjjön létre, a térfogatáram továbbra is 50 ml/óra volt. Körülbelül 100 ml átsajtolt rétegvíz mennyiséget követően az áteresztőképességben javulást tapasztaltam. Az átsajtolt mennyiségből kiolvasható, hogy az ellenirányú permeabilitás mérés közel tíz órán át tartott, ahol a második órától a hatodik óráig egy lassú, de folyamatos permeabilitás javulás figyelhető meg. Az utolsó egy-másfél órában a permeabilitás állandósulni látszik. Ebben az esetben a permeabilitás-romlás mértéke végül 43,88%.



58. ábra: A Minta 37 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

9.5 Kiszűrődés-vizsgálat mesterségesen konszolidált kőzetmagokon

Az átalakított OFITE 17-50-1 mérőműszeren lehetőség van a természetes kőzetmagok mellett mesterségesen konszolidált kőzetmagokon történő kiszűrődés-vizsgálatok lefolytatására is. Ennek igazolására a tervezett mérési sor összeállításakor igyekeztem a természetes kőzetmagok effektív áteresztőképességéhez a lehető legjobban illeszkedő mesterségesen konszolidált kőzetmagokat előállítani. A korábbiakban bemutatott módszertan alapján elkészített, majd kiválasztott szintetikus mintatestek összetevői és előállítási körülményei a 21. táblázatban láthatóak.

Az effektív (mesterséges rétegvízzel történő) áteresztőképesség értékek hasonlóságán túl, a nitrogén gázzal mért abszolút áteresztőképesség értékek, valamint a héliummal mért porozitás értékek tekintetében is jó egyezést mutatnak (22. táblázat). Így alakítottam ki a 24 - 40 mD, 95 - 117 mD, valamint a 135 - 165 mD effektív permeabilitású kőzetpárokat.

Összetétel és előállítási mód					
Homok (g)	168,47				
Cement (g)	38,53				
Víz (g)	18,00				
H: (C+V)	2,98				
C:V	2,14				
H:C	4,37				
Homok típus/frakciók (g)	Rezervoár				
70 μm - 100 μm	15,49%				
100 μm - 125 μm	18,33%				
125 μm - 160 μm	17,64%				
160 μm - 200 μm	14,91%				
200 μm -250 μm	15,14%				
250 μm - 315 μm	11,52%				
315 μm -400 μm	6,97%				
Alkalmazott nyomás (bar)	180				
Nyomás alatt (óra : perc)	15:35:00				
Labor hőmérséklet (°C)	~21				
Marshall tömörítés	5x				
Utókezelés (óra : perc)	284:00:00				

21.	táblázat:	Α	rezervoár	alapanya	ıgú	mintatestel	c ös	szetétele	és	előállítási	körül	mény	/ei
					· (-) · · ·								

Az Art-3 és Art-4 kőzetminták esetében nem a természetes kőzetmag szintetikus kőzetmaggal történő összehasonlítása történt, hanem az ugyanolyan módon előállított szintetikus kőzetmagok különböző folyadékkal történő összehasonlítása valósult meg. Az Art-4 kőzetmag vizsgálatakor egy tömegszázaléknyi nano magnetit részecskét adalékoltam az öblítőfolyadékhoz annak megfigyelése céljából, hogy a kis mennyiségű nano részecskék milyen változást idéznek elő a kiszűrődés-vizsgálatnál és a maradó permeabilitás tekintetében.

22. táblázat: A kiválasztott mintatestek poroperm értékei

Mintoczóm	Derezitás		Szennyezés előtti állapot			
wintaszam	POPOZILAS	watrix suruseg	Abs. Permeabilitás	Eff. Permeabilitás		
	%	g/cm ³	mD	mD		
Art-1	31,70	2,61	384	137		
Nat-1	30,79	2,69	364	165		
Art-2	28,79	2,63	72	40		
Nat-2	28,86	2,72	81	24		
Art-3	30,19	2,64	113	95		
Art-4	30,31	2,64	144	117		

A 70-100 nanométer közötti méretű nano magnetitet a Miskolci Egyetem, Kémiai Intézete biztosította. A fúrási folyadék szárazanyagtartalma 96,2 g/liter volt és ennek az egy tömegszázalékával megegyező mennyiségű nano-magnetit adtam a korábban is használt alapiszaphoz.

A jelen fejezetben a bemutatott rétegkárosító hatások megfigyeléséhez egy magyarországi fúráspontról származő öblítőfolyadékot használtam. A kész iszapot a Miskolci Egyetem, Kőolaj- és Földgáz Intézetében található Chandler Engineering 30-70-1 típusú keverővel tíz percig kevertem 4000 s-1 fordulatszámon a reológiai paraméterek mérése előtt.

A barittal nehezített fúrási folyadék (KCL/Shalehib) sűrűségét, és reológiai tulajdonságait környezeti hőmérsékleten 22 °C-on (71,6 °F), és atmoszférikus nyomáson 1012 mbar (14,68 psi) mértem. Rotációs viszkoziméter (Fann 35) segítségével mértem meg a reológiai tulajdonságokat. A kapott értékek a 23. táblázatban kerültek összefoglalásra. Az Art-4 mesterségesen konszolidált kőzetmag esetében használt egy tömegszázaléknyi nano magnetit részecskét tartalmazó fúrási folyadék nem befolyásolta a korábban kapott reológiai tulajdonságokat.

Tulajdonságok	Hőmérséklet	Nyomás	Érték	Mértékegység	
Sűrűség	22 °C	1012 mbar	1,55 (12,94)	kg/dm ³ (ppg)	
Plasztikus viszkozitás	22 °C	1012 mbar	30	cP	
Folyáshatár	22 °C	1012 mbar	15,84 (31)	Pa (lb/100 ft ²)	
Gélerősség 10 mp	22 °C	1012 mbar	2,04 (4)	Pa (lb/100 ft ²)	
Gélerősség 10 perc	22 °C	1012 mbar	7,15 (14)	Pa ($lb/100 ft^2$)	

23. táblázat: KCl/Shalehib típusú fúrási folyadék reológiai tulajdonságai

A 59. ábra a természetes, a mesterségesen konszolidált kőzetmagok valamint a szűrőpapíros mérések során kapott szüredékmennyiségeket mutatja az idő függvényében. Ez utóbbinál a mérést az ajánlásnak megfelelően 30 percen keresztül végeztem laborhőmérsékleten (22 °C; 71,6 °F). A szűrőpapíron történt mérés során a görbe meredeken növekszik, a kiszűrődő folyadékmennyiség nem mutat állandósulást. A 59. ábrán jól látható, hogy a szűrőpapíron végzett mérés teljes ideje alatt képződött szüredékmennyiségi adatokból szerkesztett görbe és a kőzetmagok felhasználásakor képződött szüredékmennyiség görbéje hasonló jellegű. A kőzetmagokon végzett, azonos hőmérsékletű
vizsgálatoknál azt tapasztaltam, hogy a görbe meredeksége megváltozik 6-9 óra elteltével, ezért a Nat-2, Art-2, Art-3 és Art-4 mintatestek esetében a vizsgálatot az áramlás megszűnéséig, azaz a szüredékmennyiség állandósulásáig terveztem folytatni. Mindez közel két nap után sem következett be, így a maradó permeabilitások meghatározása 47 órás rétegkárosító hatás után következett.



59. ábra: A kumulált szüredékmennyiségek a szűrőpapíron és a vizsgált magmintákon KCl/Shalehib folyadék használatakor

A kőzeteken mért átszűrődött folyadék görbéje itt is több szakaszra osztható: egy kezdeti meredek szakaszra, majd egy átmeneti szakasz után egy mérsékelten és egyenletesen csökkenő meredekségű szakaszra. Meg kell megjegyezni, hogy az API szerinti kiszűrődés-vizsgálatoknál jelentkező kezdeti nagy mennyiségű folyadékveszteség (spurt loss) az általam kidolgozott rendszerben is érzékelhető. A mérés első néhány órájában igazolható, hogy több mennyiségű szüredék képződik, mint a későbbiekben. Azonban a hagyományos, nagy mennyiségű folyadékveszteség (spurt loss) nem valósul meg olyan látványosan, mint ahogyan az általánosan elfogadott modellanyagok (szűrőpapír és kerámia korong) esetében megszokott.

További hasonlóság, hogy a kiszűrődött folyadék mennyisége egyik esetben sem állandósul egy adott szintre, valamint egyezőség tapasztalható a szüredékképződés ütemében. Az első 12 órában a kőzetmagokon keresztül kapott szűrletek mennyisége rendkívül hasonlónak mondható. Valamint a Nat-2, Art-2, Art-3 és az Art-4 mintatestek esetében a permeabilitások alapján is elkülöníthetők a mintapárok a kísérlet teljes egésze alatt.

A szűrőpapíros méréskor a szüredékmennyiség 5,8 ml, míg a nano adalékkal kezelt folyadék esetében ez az érték 5,7 ml volt (30 perc alatt). A kőzetminták esetében a 47 órás mérések ideje alatt az összegyűjtött szüredék mennyiség 11-15 ml volt, és az első fél órában ez mindössze 1,5-2 ml mennyiségűnek adódott, ami a teljes mennyiség 10-12 %-a.

Alapvető különbség van a két módszer szerint képződött iszaplepények között is. A 60. ábrán látható, hogy az API szabvány szerint képződött iszaplepény (60. a.) 1,2 mm vastagságú, és laza szerkezetű, míg a természetes és mesterségesen konszolidált kőzetek felületén képződött iszaplepény sokkal vastagabb, és szerkezetüket tekintve jelentősen eltérő. Ezeken két különböző réteg különíthető el. Egy felső réteg, amely laza szerkezetű géles anyag, ami körülbelül 1 mm vastag, valamint egy alsó réteg, amely sokkal konszolidáltabb és anyagszerű, tömött szerkezetű (60. b.), továbbá körülbelül 5-8 mm vastag.



60. ábra: Az API ajánlás szerinti és a saját fejlesztésű eszközön képződött iszaplepény

Az alapvető vizsgálatokon túl, azt is megvizsgáltam, hogy a kiszűrődés-vizsgálatnak alávetett kőzetminták permeabilitása, hogyan változott az alkalmazott iszap hatására. A korábbiakhoz hasonlóan ennek meghatározásához ellenáramú folyadék besajtolásra volt szükség a fúrási iszappal való elszennyezést követően. A korábban ismertetett rétegvíz összetétellel történő ismételt áteresztőképesség mérés változatlan körülmények között zajlott az elszennyezés után, mint előtte, annak érdekében, hogy pontosabb permeabilitás változást lehessen meghatározni.

A 24. összefoglaló táblázat mutatja a kezdeti és az elszennyezés után mért értékeket, valamint a romlás mértékét százalékos formában. Mint látható, mind a három kőzetcsoportnál jelentős mértékű a permeabilitás romlás a kezdeti áteresztőképességhez képest. A Nat-2 minta az eszközből való kivételkor eltört, így az ismételt áteresztőképesség mérés nem történt meg. A természetes kőzetmintánál a romlás mértéke 53,8 %-os és a mesterségesen konszolidált kőzeteknál ez az érték 61,9 % volt az alapiszap használatakor. A felhasznált mintatestek esetében az áteresztőképesség nem javult egyik esetben sem, azaz a permeabilitás csökkenésének mértéke az idővel nem változik, az áteresztőképesség romlás permanensnek tekinthető.

Mintaszám	Porozitás	Mátrix sűrűség	Szennyezés előtti állapot		Szennyezés utáni állapot	Permeabilitás
			Abs. Permeabilitás	Eff. Permeabilitás	Eff. Permeabilitás	csökkenés
	%	g/cm ³	mD	mD	mD	%
Art-1	31,70	2,61	384	137	55	59,9
Nat-1	30,79	2,69	364	165	nins adat	-
Art-2	28,79	2,63	72	40	15,25	61,9
Nat-2	28,86	2,72	81	24	11,1	53,8
Art-3	30,19	2,64	113	95	31	66
Art-4	30,31	2,64	144	117	21,1	82

24. táblázat: Permeabilitás változás mértéke a vizsgálat során

A nano folyadék esetében a 47 órás iszapszennyezést követő (második) effektív áteresztőképesség mérésnél az átáramoltatás is körülbelül 5 órán keresztül tartott, így összesen körülbelül tíz pórustérfogat lett átsajtolva. A 61. ábrán jól látható, hogy az átsajtolt szintetikus rétegvíz folyamatosan tisztul. Az első (a.), illetve azt követő hét (b., c.), végül az utolsó két pórustérfogatnyi folyadékot (d.) elkülönítve gyűjtöttem.



61. ábra: A második effektív permeabilitás méréskor kiáramlott folyadék

Az áteresztőképesség csökkenés az Art-3 mintatest esetén 66 %-os, ami hasonló, mint a korábbi mérések esetében is tapasztalható volt. Azonban ki kell emelni, hogy az Art-4 kőzettest esetében az áteresztőképesség csökkenés mértéke a legnagyobb mértékű, amely 82 %-os. Tehát a nano-magnetittel (Fe₃O₄), mint adalékanyaggal módosított fúrási folyadék esetében történt a legkedvezőtlenebb változás az effektív áteresztőképesség tekintetében. A szakirodalomban Barry (2015) úgy tapasztalta, hogy nano-vasoxidból (Fe₂O₃) 0,5 tömeg%nyit az iszaphoz adalékolva 14%-al növeli a szüredékmennyiséget LTLP környezetben, azonban HPHT környezetben ugyanennyi nano részecske csökkenti 28%-al. Így a jövőbeni kutatások egyik iránya lehet ennek a vizsgálatnak a lefolytatása nagyobb hőmérsékleten és differenciális nyomáson annak kiderítése érdekében, hogy a tárolói körülmények hogyan befolyásolják a szüredékképződést az idő függvényében, és hogy hogyan változik a maradó permeabilitás.

Ebben a mérési sorban azt tapasztaltam, hogy a maradó permeabiltás meghatározásához szükséges második effektív mérés során az áteresztőképesség számottevően nem változott egyetlen mintánál sem (62. és 63. ábra).



62. ábra: Az Art-3 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után



63. ábra: Az Art-4 jelű minta effektív áteresztőképessége a kiszűrődés-vizsgálat előtt és után

10. A kiszűrődés-vizsgálat mérési erdeményeinek értelmezése

A kőzetmintákon történő kiszűrődés-vizsgálatok lefolytatásához szükségessé vált az OFITE 17-50-1 mérőberendezés átalakítása. Az újonnan megtervezett és elkészített alkatrészek a gyári berendezésbe sikeresen beépíthetők és azzal működőképes egységet alkotnak. Az így átalakított, új mérőeszköz különböző nyomású és hőmérsékletű működési körülmények között is üzembiztosan használhatónak bizonyult a tesztmérések során. A felhasználható modellanyagok szempontjából elmondható, hogy a gyári tartozékokkal a mérőeszköz csak szűrőpapírral, és kerámia koronggal használható, míg a fejlesztés eredményeképpen egy olyan mérőműszer állt rendelkezésre, amely természetes, illetve mesterségesen konszolidált kőzetmagokon is megfelelően működik labor-, és választott réteghőmérsékleten egyaránt. Bármely modellanyagot választva a mérés történhet statikus és dinamikus körülmények között is. Továbbá a mérési eljárás tudatos és átgondolt tervezésének köszönhetően a természetes és mesterségesen konszolidált kőzetmagok előzetes poroperm mérései (porozitás, abszolút, és effektív áteresztőképesség) után azok közvetlenül alkalmazhatók, mivel a geometriai alakjuk megváltoztatása nélkül használhatóak a kiszűrődés-vizsgálatokhoz. Tehát nincs szükség az adatok korrigálására, vagy azok újra értelmezésére, kiegészítő számítások elvégzésére. Továbbá, ezzel a mérési módszerrel a kőzettesteken végzett kiszűrődés-vizsgálatot követően meghatározható az áteresztőképesség-romlás a kezdeti állapothoz képest, ezzel biztosítva a kiszűrődési jelenség jobb, alaposabb megismerését. Fontos megjegyezni, hogy a mérések műszaki probléma nélkül minden esetben elvégezhetőek voltak.

A bentonit alapú folyadék réteghőmérsékletű vizsgálatakor a kapott szüredék görbék lefutása hasonló a kiválasztott természetes homokkövek esetében, azonban azok eltérnek az API szerint végzett szűrőpapíros vizsgálat görbéjétől. A kőzetmintákhoz tartozó görbék két szakaszra oszthatóak, ahol az első szakasz meredekebb része az iszaplepény kialakulása előtti állapot, amikor a folyadék könnyebben képes a kőzet pórusterébe hatolni. A másik része egy kevésbé meredek és egyenletesebben csökkenő meredekségű szakasz, ahol már az iszaplepény képes a folyadék kiszűrődését lassítani, így az csak lassabb ütemben képes a kőzetmag pórustérébe áramlani.

A tárolóvédő folyadék használatakor – a változatlan mérési körülmények mellett – a kapott szüredék görbék jellege eltérő a bentonitos folyadékkal összehasonlítva. A hatékony szűrőképességű iszaplepény kialakulásának hiányában a görbék meredeksége nem változik,

tehát lineárisnak tekinthető, és a folyadék a mérés végéig gyakorlatilag képződö akadály nélkül képes beáramlani a kőzetmag pórusterébe. A jellemzően kis és nagy áteresztőképességű kőzetmagok összehasonlításában azt látszik, hogy a szüredékgörbék jellege megegyező, de azok meredeksége eltérő, mivel a 18-38 mD effektív permeabilitású értékek közé eső mintáknál több időre volt szükség az adott mennyiségű szüredék összegyűjtéséhez. Azaz a szüredékmennyiségek változása a felhasználásra kerülő kőzetminták petrofizikai tulajdonságai szerint változott.

Az effektív permeabilitás változások tekintetében a bentonitos folyadék használatakor már néhány köbcentiméter szüredék is jelentős permeabilitás csökkenést okoz. A kiszűrődés-vizsgálatot követő ellenirányú permeabilitás mérésnél, ha a vizes porozitás 25%ával megegyező mértékű a szüredékmennyiség, akkor az áteresztőképességben kismér tékű javulás tapasztalható. Ettől nagyobb mértékű kumulált szüredékmennyiség (azaz iszapkárosító hatás) esetén a permeabilitás változás egy vissza nem fordítható folyamat, amely a mérések alapján kimutatható, hogy körülbelül 46-58%-os permeabilitás romlást eredményez.

A tárolóvédő folyadék használatakor is igaz az a megállapítás, hogy kismértékű szüredék intrúzió is jelentős effektív permeabilitás változást eredményezni. További hasonlóság a nagy áteresztőképességű kőzetmagoknál a kiszűrődés-vizsgálatot követő ellenirányú permeabilitás mérésnél, az áteresztőképességben kismértékű javulás mérhető akkor, ha a kiszűrődés-vizsgálatnál a szüredék mennyisége egyenlő a vizes porozitás 25%ával. Ettől nagyobb mértékű kumulált szüredékmennyiségnél (azaz iszapkárosító hatásnál) a permeabilitás változás egy vissza nem fordítható folyamat. A további vizsgálatok alapján kimutatható, hogy a kis áteresztőképességű mintatesteknél ez a folyamat regeneratív. A kiszűrődés-vizsgálatot követő ellenirányú permeabilitás mérésnél látható javulás következik be az áteresztőképességben 80-100 ml átáramoltatást követően. Továbbá, az áteresztőképesség változás mértékében is különbség mutatható ki a különböző kezdeti permeabilitású kőzetmintákon elvégzett vizsgálatok alapján. A felhasznált öblítőfolyadék különböző mértékű permeabilitás változást eredményez attól függően, hogy mekkora a mintatest kezdeti permeabilitása. A tárolóvédő folyadékkal elvégzett kiszűrődés-vizsgálatok alapján megállapítható, hogy a kisebb kezdeti áteresztőképességű kőzetmagok permeabilitás változása kisebb mértékű, a nagy áteresztőképességű kőzetmagok eredményeivel összehasonlítva. A nagyon jelentős effektív permeabilitás romlás eredmények alapján úgy döntöttem, hogy a vizsgálatot nem folytatom mesterségesen konszolidált kőzetmagokkal.

A mesterségesen konszolidált kőzetminták és a természetes kőzetminták kiszűrődés görbéi azonos lefutásúak a felhasznált KCl/Shalehib folyadék használatakor. Mivel a folyadékgörbék trendje hasonló, így igazolható, hogy az adott fúrási folyadék szüredékképződési jellemzőinek megfigyelésénél a mesterségesen konszolidált kőzetminták helyettesíthetik a természetes kőzetmintákat, a vizsgált permeabilitás tartományokban.

A laborhőmérsékletű mérések esetében az is kimutatható, hogy a mesterségesen konszolidált kőzetmagokon mért effektív permeabilitás romlás értékek hasonló mértékűek, összehasonlítva a természetes kőzetmag effektív áteresztőképesség romlás mértékeivel. Így ezek az új típusú kőzetminták a maradó permeabilitás meghatározás céljából is helyettesíteni képesek a természetes kőzetmagokat.

11. Tézisek

1. tézis

Laboratóriumi vizsgálatokkal bemutattam a homok-cement-víz arány, valamint az alkalmazott nyomóerő és kompakciós időtartam hatását a mesterségesen konszolidált kőzetmagok poroperm értékeire. Az eredmények alapján az új típusú mintatestek mélységi (fúrási maganyag) és felszíni forrásból (folyami, építőipari homok) származó alapanyagból is előállíthatók. A vizsgálatokkal igazoltam, hogy megfelelő homok frakciók felhasználásával, kísérletileg igazolt homok-cement-víz arány és különböző nyomóerő alkalmazásával kialakítandó kőzetminták petrofizikai jellemzői megbízhatóan tervezhetők.

2. tézis

Bizonyítottam, hogy a petrofizikai paraméterek megváltoztatása az utókezelés során alkalmazott környezeti hatások megválasztásával is lehetséges. Megállapítottam, hogy a nem rezervoár alapú alapanyagból készített mintatestek esetében a CO₂ gáz hatása az utókezelés fázisában kismértékű porozitás növekedést és jelentős mértékű abszolút és effektív áteresztőképesség csökkenést eredményez a nagy nedvesség-tartalmú kamrában tartott mintatestekhez viszonyítva.

3. tézis

A kísérleti eredmények alapján kimutatható, hogy a mechanikai kompakció mellett a nátrium-kloriddal, kálium-kloriddal és kalcium-kloriddal - mint adalékanyagokkal - is hatékonyan befolyásolható a mesterségesen konszolidált kőzetminták porozitás a, valamint abszolút, és effektív permeabilitása. Kimutattam, hogy porozitás növekedést eredményez az adalékanyagok 1 illetve 3 térfogatszázaléknyi hozzáadása az kőzetmasszához (változatlan előállítási körülmények mellett), valamint esetenként jelentős változás érhető el a pórusrendszerben, amely jelentősen befolyásolja az áteresztőképességeket is.

4. tézis

A kísérleti eredmények alapján megállapítottam, hogy a kidolgozott új eljárás alkalmazásával kialakított, mesterségesen konszolidált kőzetminták homogénnek tekinthetőek kőzetfizikai értelemben. A higanybesajtolásos mérésekkel bebizonyítottam, hogy 6,98 cm (2,75 in) \pm 0,1 cm (0,039 in) hosszúságúra kialakított kőzetminta teljes

104

hosszban csak elhanyagolható mértékű porozitás és mikro-makropórus eloszlás eltérést mutat. Ezek az eredmények alátámasztják, hogy az új típusú porózus kőzetminták megfelelő modellanyagként szolgálhatnak a folyadék-kiszűrődés és pórustérbeli áramlási folyamatok vizsgálatához.

5. tézis

Az újonnan fejlesztett mesterségesen konszolidált kőzetmagok technológiájának nagy előnye, hogy a több hetes gyártási folyamat kezdeti szakaszában jól előrejelezhető, hogy mekkora lesz a készülő mintatest abszolút permeabilitása. Mérési eredményeim alapján megállapítottam, hogy az előállítási folyamat alatt kapott látszólagos áteresztőképesség adatok jól illeszkednek az API ajánlás szerint végezendő abszolút permeabilitás értékekhez. A legjobb előrejelzés a 2000 mD feletti és a 1000 mD alatti tartományban mutatható ki, ahol az eltérések átlaga 10% alatti.

6. tézis

Az OFITE 17-50-1 mérőberendezés átalakításával új mérési elrendezést dolgoztam ki a folyadék-kiszűrődés vizsgálatokhoz. Az újonnan kialakított tartozékokkal a mérőműszer alkalmassá vált a természetes és mesterségesen konszolidált kőzetmintákon történő vizsgálatok statikus körülmények közötti lefolytatására, ahol változtatható a túlnyomás mértéke és a vizsgálati hőmérséklet is.

7. tézis

Mérési eredményeim alapján megállapítottam, hogy a kőzetmagokon történő kiszűrődésvizsgálatok esetében a szüredék behatolás mértéke el kell, hogy érje a kőzetminta vizes porozitásának az 50%-át. A vizsgált folyadékok felhasználása során bizonyítottam, hogy ettől a számított értéktől kevesebb kumulált szüredékmennyiség képződése esetén a szüredék behatolását követő (második) rétegvízzel történő effektív permeabilitás mérés eredményei egy időben csak kismértékben javuló trendet mutatnak, azaz a fúrási folyadék rétegkárosító hatása regenerálható.

Továbbá kimutattam, hogy a laborhőmérsékletű vizsgálat során a mesterségesen konszolidált kőzetminták és a természetes kőzetminták kiszűrődés görbéi azonos lefutásúak. Így igazolható, hogy az adott fúrási folyadék szüredékképződési jellemzőinek megfigyelésénél a mesterségesen konszolidált kőzetminták helyettesíteni képesek a természetes kőzetmintákat, a vizsgált permeabilitás tartományokban. A kísérleti eredmények

alapján megállapítottam, hogy az effektív permeabilitás romlásának mértéke is hasonló a mesterségesen konszolidált kőzetmintán a természetes homokkőhöz viszonyítva, így a kifejlesztett új kőzetelőállítási eljárással készített kőzetmagok alkalmasak a folyadék-kiszűrődés vizsgálatnál a maradó permeabilitás meghatározására.

12. Thesis

1. Thesis

I have demonstrated the effect of sand-cement-water ratio and also the effect of the applied compression force and compaction time on petrophysical properties of the artificially consolidated core samples in laboratory tests. On the basis of the results these samples can be produced from both reservoir (drilled core material) and surface (construction sand, etc.) source materials. The studies have demonstrated that the petrophysical properties of core samples can be reliably designed using appropriate sand fractions, experimentally proven sand-cement-water ratios, and different compressive forces.

2. Thesis

I have shown that the petrophysical parameters changing is possible with different applied environmental effects in curing period. I have found that core samples prepared from nonreservoir sand, in curing period the effect of CO2 gas results a small increase in porosity and a significant decrease in absolute and effective permeability compared to the samples kept in a high moisture chamber.

3. Thesis

According to the experimental results it can be stated that besides mechanical compaction, different additives (such as sodium chloride, potassium chloride and calcium chloride) can be used to modify the porosity and also the absolute and effective permeability of artificially consolidated core samples effectively. As I have shown an increase in porosity is obtained by adding 1 and 3 % by volume of additives to the binding material (in the same production conditions), moreover a significant change in the pore system can be obtained, which also affects the permeabilities significantly.

4. Thesis

Based on the experimental results, I have noticed that the artificially consolidated core samples, obtained by the new method, can be considered homogeneous in petrophysics terms. Based on Mercury Injection Capillary Pressure measurements I have demonstrated that the core samples formed to a length of 6.98 cm (2.75 in) \pm 0.1 cm (0.039 in) show only negligible differences in porosity and micro-macropore structure. These results confirm that

the new type of porous core samples can serve as suitable model for the study of fluid losses and flooding tests.

5. Thesis

A major advantage of the newly developed artificially consolidated cores process is that absolute permeability can be predicted well in the initial phase of the curing period. Based on my measurement results, I have found that the apparent permeability results, obtained during the curing period, fit well with the absolute permeability results measured according to API Standard. The best predictions are shown in the range above 2000 mD and below 1000 mD, where the average deviation is below 10%.

6. Thesis

I have developed a new measurement system for fluid losses tests through modifying the OFITE 17-50-1 measurement device. Due to the newly designed accessories, the measurement device has become suitable for fluid losses tests both on natural and artificially consolidated core samples under static conditions, where the overpressure rate and also the test temperature can be varied.

7. Thesis

Based on my measurement results, I have found that in case of filtration tests on cores, the intrusion should be at least 50% of the water porosity of the core sample. Through the applied laboratory and drill-in fluids I have found that if the cumulative amount of filtrate volume is less than this before mentioned calculated value (50%), the results of the second effective permeability measurements show a slight improvement trend in the effective permeability. Thus, the formation damage effect of these drilling fluids could be regenerated.

Furthermore, I have shown that the fluid losses curves of the artificially consolidated core samples and the natural core samples have the similar shape of curve at the laboratory temperature. Thus, it is demonstrated that taking into account/considering fluid losses characteristics of the used drilling fluids, it is proven that the artificially consolidated core samples can substitute for the natural core samples in the investigated permeability ranges. Based on the experimental results, I have found that the effective permeability decrease of the artificially consolidated core samples is also similar to the same parameter of natural sandstone. These artificially consolidated core samples are suitable for determining the return permeability in fluid filtration testing.

Az értekezés témakörében készült publikációk jegyzéke

Nemzetközi folyóiratban megjelent közlemények

Varga, G.G., Fiser-Nagy, A. és Fancsik, T. (2018): Analysis of time dependent filtration utilizing measurements made on sandstone samples, European Geologist Journal, No. 46, pp. 24-28., 5 p., ISSN: 1028-267X

Varga, G., Koncz, A., Fiser-Nagy, A. és Jobbik, A. (2018): New method for formation invasion analysis using artificially consolidated core samples, 18th International Multidisciplinary Scientific GeoConference; SGEM, Sofia, Vol. 18., Issue 1.4, pp. 641-648., 8 p., ISBN: 978-619-7408-38-6, ISSN: 1314-2704, DOI:10.5593/sgem2018/1.4/S06.084

Meszaros, R., Jobbik, A., <u>Varga G.</u> és Barany, S. (2019): Electrosurface properties of Nabentonite particles in electrolytes and surfactants solution, Applied Clay Science, Volume 178, Article: 105127, https://doi.org/10.1016/j.clay.2019.10512

Varga, G.G., Koncz, A., Fancsik, T. és Jobbik, A. (2019): Nano-additives effect on a reservoir-friendly drilling fluid from the driller's view, 19th International Multidisciplinary Scientific GeoConference; SGEM, Sofia, Vol. 19., Issue 1.2, pp. 1025-1030., 6 p., ISBN: 978-619-7408-77-5, ISSN: 1314-2704, DOI: 10.5593/sgem2019/1.2/S06.130

Varga, G., Banki, D. és Fancsik, T. (2021): Effect of CO₂ reach environment on the petrophysical properties of artificially consolidated core samples, Acta Tecnología-International Scientific Journal about Technologies, Vol. 7, Issue 1, pp. 27-34, p. 8., ISSN 2453-675X, doi:10.22306/atec.v7i1.100

Nemzetközi és hazai konferencia kiadványban megjelent közlemények

Varga, G.G. és Szabó, T. (2017): A fúrási iszapok szerepe és alkalmazási határai, Doktoranduszok Fóruma 2016, Miskolc, Miskolci Egyetem, pp. 104-111., 7 p., ISBN: 9789633581292 Varga, G.G., és Jobbik, A. (2017): Fúrási iszapok szerepe és alkalmazási határai HPHT viszonyok között, Műszaki Tudomány az Észak-Kelet Magyarországi Régióban, Debrecen, pp. 601-607., 7 p., ISBN: 9789637064357

Varga, G. (2018): A kiszűrődés-vizsgálat mérési lehetőségei LTLP viszonyok között, Professzorok az Európai Magyarországért Egyesület; PEME (2018) 369 p. pp. 36-43., 8 p., ISBN: 9786155709050

Dócs, R., <u>Varga, G.</u> és Fiser-Nagy, A. (2018): Promoting HC-reservoir production with model investigations on natural and artificially consolidated cores, XLIX. Ifjú Szakemberek Antékja, Hajdúszoboszló

Varga, G.G., és Fiser-Nagy, A. (2018): Mesterségesen konszolidált kőzetmagok petrofizikai tulajdonságainak módosítása különböző adalékanyagokkal, Műszaki Tudomány az Észak-Kelet Magyarországi Régióban, Szolnok, pp. 397-404., 8 p., ISBN: 9789637064371

Felhasznált irodalom

Abdou M.I., Al-sabagh A.M. és Dardir M.M. (2013): Evaluation of Egyptian bentonite and nano-bentonite as drilling mud. Egyptian Journal of Petroleum, Volume 22, Issue 1, Pages 53-59, https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2012.07.002

Abrams A. (1977): Mud Design To Minimize Rock Impairment Due To Particle Invasion. Journal of Petroleum Technology, Volume 29, Issue 05, Pages 586–592, Paper Number: SPE-5713-PA, https://doi.org/10.2118/5713-PA

Al Homadhi E.S. és Hamada G.M. (2001): Determination of petrophysical and mechanical properties interrelationship for simulated sandstone rocks. Proceedings of the 6th Nordic Symposium on Petrophysics, 15-16 May 2001, Trondheim, Norway,

Al Homadhi E.S. (2002): Artificial Sandstone Cores Production with a Wide Range of Petrophysical Properties. Journal of King Saud University - Engineering Sciences, Volume 14, Issue 1, Pages 95-117, Riyadh (A.H. 1422/2002) https://doi.org/10.1016/S1018-3639(18)30747-5

Al Homadhi E.S. és Hamada G.M. (2003): Determination of petrophysical and mechanical properties interrelationship for simulated sands. Engineering Journal of the University of Qatar, Volume: 16, Pages: 1-10, Corpus ID: 55132645

Al-Thawadi S.M. (2008): High strength in-situ biocementation of soil by calcite precipitating locally isolated ureolytic bacteria. PhD thesis, Murdoch University, Western Australia

API Recommended Practice 40 (1998): Recommended Practices for Core Analysis. Recommnded practice 40. Second Edition

API Recommended Practice 13B-1 (2009): fourth edition. American Petroleum Institute

Ayed S. Al-Qahtani (2020): World Oil Outlook, 332 pp. ISBN 978-3-9504890-0-2, OPEC Secretariat, Helferstorferstrasse 17, A-1010 Vienna, Austria

Bachmeier K.L., Williams A.E., Warmington J.R. és Bang S.S. (2002): Urease activity in microbiologically-induced calcite precipitation. Journal of Biotechnology, Volume 93, Issue 2, Pages 171-181, https://doi.org/10.1016/S0168-1656(01)00393-5

Barry M.M., Yung Y., Lee Y.K., Phuoc T.X. és Chyu M.K. (2015): Fluid filtration and rheological properties of nanoparticle additive and intercalated clay hybrid bentonite drilling fluids. Journal of Petroleum Science and Engineering, Volume 127, Pages 338-346, https://doi.org/10.1016/j.petrol.2015.01.012

Bernabé Y., Freyer D.T. és Hayes A. (1992): The effect of cement on the strength of granular rocks. Geophysical Research Letter, Volume 19, Issue 14, Pages 1511-1514, https://doi.org/10.1029/92GL01288

Czető I. és Pákozdi Cs.: Teherhordó szerkezetek gipszkarton szigetelésének tűzállósági vizsgálata. Letöltve: 2022. 02. 28., http://tdk.bme.hu/EMK/DownloadPaper/Teherhordo-szerkezetek-gipszkarton

Den Brok B. (1993): How to cook "Strasbourg" sandstone. Internal Report, Institut de physique des matériaux, École et observatoire de physique du globe de Strasbourg (EOPGS), 10 pp. http://www.denbrok.ch/geology/papers/strasbourg_sandstone_recipe.pdf

Den Brok S.W.J., David C. és Bernabé, Y. (1997): Preparation of synthetic sandstones with variable cementation for studying the physical properties of granular rocks. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Scienc, Volume 325, Issue 7, Pages 487-492, https://doi.org/10.1016/S1251-8050(97)89866-7

Chang F.C., Lee M.Y., Lo S.L. és Lin J.D. (2010): Artificial aggregate made from waste stone sludge and waste silt. Journal of Environmental Management, Volume 91, Issue 11, Pages 2289-2294, https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.06.011

Chen X.M. és Zhang Y. (2014): Method for making artificial core using dry cement as cementing agent. Advanced Materials Research, Volume 997, Pages 387-391, DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.997.387

David C., Menéndez B. és Barnabé Y. (1998): The Mechanical Behaviour of Synthetic Sandstone with Varying Brittle Cement Content. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 35, Issue 6, Pages 759-770, https://doi.org/10.1016/S0148-9062(98)00003-5

Dhami N.K., Reddy M.S. és Mukherjee A. (2013): Biomineralization of calcium carbonates and their engineered applications: a review. Frontiers in microbiology. 4:314. doi: 10.3389/fmicb.2013.00314

Dormán, J. (1975): A fordított emulziós öblítőfolyadék alkalmazásának hazai tapasztalatai. Bányászati és Kohászati Lapok, Kőolaj és Földgáz 8 (108.) évfolyam 6. szám, pp. 176-182.

El Husseiny A. és Vanorio T. (2015): The effect of micrite content on the acoustic velocity of carbonate rocks. Geophysics, Volume 80, Issue 4, Pages 1JA-Z63, https://doi.org/10.1190/GEO2014-0599.1

Eyssautier-Chuine S., Marin B., Thomachot-Schneider C., Fronteau G., Schneider A., Gibeaux S. és Vazque P. (2016): Simulation of acid rain weathering effect on natural and artificial carbonate stones. Environmental Earth Sciences, Volume 75, Article number: 748, https://doi.org/10.1007/s12665-016-5555-z

Hamada G.M. és Al-Homadhi E.S. (2017): Developed Correlations between Porosity, Permeability and Sound Wave Velocity Under different Compaction Pressures for Sandstone Core Samples. International Journal of Advance Engineering and Research Development, Volume 4, Issue 5, Pages 74-82, e-ISSN (O): 2348-4470, p-ISSN (P): 2348-6406

Hezmi M.A., Wheeler S. és Gallipoli D. (2009): On the preparation of artificially bonded soil samples for unsaturated testing. 4th Asia-Pacific Conference on Unsaturated Soils (Unsaturated Soils: Theoretical and Numerical Advances in Unsaturated Soil Mechanics), Pages 21-25, ISBN: 978-0-415-80480-6, http://eprints.gla.ac.uk/42969/

Holt R.M. és Kenter C.J. (1992): Laboratory simulation of core damage induced by stress release. Rock Mechanics Proceedings of the 33rd U.S. Symposium, Rotterdam, Netherlands, Pages: 959-968, ISBN 90-5410-045-1; és International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts, Volume 30, Issue 6, Page 358, https://doi.org/10.1016/0148-9062(93)91434-K

Holt R.M. (2001): Particle vs. Laboratory Modelling of In Situ Compaction. Physics and Chemistry of the Earth, Part A: Solid Earth and Geodesy, Volume 26, Issues 1–2, Pages 89-93; https://doi.org/10.1016/S1464-1895(01)00028-X

Holt R.M., Unander T.E. és Kenter C.J. (1993): Constitutive mechanical behaviour of synthetic sandstone formed under stress. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and, Mining Sciences & Geomechanics Abstracts, Volume 30, Issue 7, Pages 719-722, https://doi.org/10.1016/0148-9062(93)90013-4

Jiao D. és Sharma M.M. (1992): Formation Damage Due to Static and Dynamic Filtration of Water-Based Muds. Formation Damage Control Symposium, Lafayette, Louisiana, February 1992, ISBN: 978-1-55563-515-2, https://doi.org/10.2118/23823-MS

Jishun Q. (2004): The manufacture and use of artificial consolidated core samples in China. International Symposium of the Society of Core Analysts, Abu Dhabi, UAE, 5-9 October 2004., SCA2004-43

Klimentos T. és Parker A. (1988): The preparation (by an epoxy-resin method) and physical properties of artificial sandstones. Sedimentary Geology. Volume 59, Issues 3–4, Pages 307-312, https://doi.org/10.1016/0037-0738(88)90083-8

Koncz Á., Szabó T. és Nagy A. (2017): Laboratóriumi mérések használhatósága differenciális megszorulás esetén. Műszaki Földtudományi Közlemények, A Miskolci Egyetem közleménye, 86. kötet, 2. szám, pp. 67–75, ISSN: 2063-5508

Lee M.Y., Ko C.H., Chang F.C., Lo S.L., Lin J.D., Shan M.Y. és Lee J.C. (2008): Artificial stone slab production using waste glass, stone fragments and vacuum vibratory compaction. Cement and Concrete Composites, Volume 30, Issue 7, Pages 583-587, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2008.03.004

Ma S. és Morrow N.R. (1996): Relationships Between Porosity and Permeability for Porous Rocks. International Symposium of the Society of Core Analysts, Sept. 8-10, Montpelier, France, Conference Paper Number: 9 6 1 0

Maccarini M. (1987): Laboratory studies of a weakly bonded artificial soil. Ph.D. Thesis, Imperial College London (University of London). ISNI: 0000 0001 3614 870X

Mahmoud O., Hisham A., Nasr-El-Din, Vryzas Z. és Kelessidis V.C. (2018): Using Ferric Oxide and Silica Nanoparticles To Develop Modified Calcium Bentonite Drilling Fluids. SPE Drilling and Compilation, Volume 33, Issue 1, Pages 12-26, SPE-178949-PA, https://doi.org/10.2118/178949-PA

Marco R.M.F., de Ceia A.R., Misságia R.M., Santos V.H. és Neto I.L. (2018): Artificial carbonate rocks: Synthesis and petrophysical characterization. Journal of Petroleum Science and Engineering; Volume 163, Pages: 303-310, https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.12.089

De Muynck W., De Belie N. és Verstraete W. (2010): Microbial carbonate precipitation in construction materials: A review. Ecological Engineering, Volume 36, Issue 2, Pages 118-136, https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2009.02.006

Nemati M. és Voordouw G. (2003): Modification of porous media permeability, using calcium carbonate produced enzymatically in situ. Enzyme and Microbial Technology, Volume 33, Issue 5, Pages 635-642, https://doi.org/10.1016/S0141-0229(03)00191-1

Rathore J.S., Fjaer E., Holt R.M. és Renlie L. (1995): P- and S- wave anisotropy of a synthetic sandstone with controlled crack geometry. Geophysical Prospecting, Volume 43, Issue 6, Pages 711 – 728, DOI: 10.1111/j.1365-2478.1995.tb00276.x

Pittman E.D. (1992): Relationship of Porosity and Permeability to Various Parameters Derived from Mercury Injection-Capillary Pressure Curves for Sandstone. American Association of Petroleum Geologists, Journal Volume 76, Issue 2, Pages 191-198, Journal ID: ISSN 0149-1423, https://doi.org/10.1306/BDFF87A4-1718-11D7-8645000102C1865D

Rahman, S.S. és Marx C. (1991): Laboratory Evaluation of Formation Damage Caused by Drilling Fluids and Cement Slurry. Journal of Canadian Petroleum Technology, Volume 30 Issue 6, Pages 40–46, https://doi.org/10.2118/91-06-04

Rios S., da Fonseca V.A. és Baudet B.A. (2014): On the shearing behaviour of an artificially cemented soil. Acta Geotech. Volume 9, Issue 2, Pages 215–226, https://doi.org/10.1007/s11440-013-0242-7

Rong H., Qian C.X. és Li L.Z. (2012a): Influence of molding process on mechanical properties of sandstone cemented by microbe cement. Construction and Building Materials Volume 28, Issue 1, Pages 238-243, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.039

Rong H., Qian C.X. és Li L.Z. (2012b): Study on microstructure and properties of sandstone cemented by microbe cement. Construction and Building Materials, Volume 36, Pages 687-694, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.06.063

Saidi F., Bernabé Y. és Reuschle T. (2003): The mechanical behaviour of synthetic, poorly consolidated granular rock under uniaxial compression. Tectonophysics, Volume 370, Issues 1–4, Pages 105-120, https://doi.org/10.1016/S0040-1951(03)00180-X,

Shabdirova A.D., Bissekenova Z., Minh N.H. és Kim J.R. (2016): Sample preparation method of clay-rich sandstone analogue of sandstone reservoirs in Kazakhstan. (American Rock Mechanics Association) ARMA, 50th U.S. Rock Mechanics/Geomechanics Symposium, Pages 904-910, ISBN: 9781510828025

Sherlock D.H. és Siggins A.F. (2003): The development of synthetic CIPS sandstones for geophysical research. ASEG 16th Geophysical Conference and Exhibition, Extended Abstracts, Volume 2, Pages 1-5, https://doi.org/10.1071/ASEG2003ab159

Siddig O., Abdulhamid A. M. és Elkatatny S. (2020): A review of different approaches for water-based drilling fluid filter cake removal. Journal of Petroleum Science and Engineering, Volume 192, 107346, https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107346

Stocks-Fischer S., Galinat J.K. és Bang S.S. (1999): Microbiological precipitation of CaCO3. Soil Biology and Biochemistry, Volume 31, Issue 11, Pages 1563-1571, https://doi.org/10.1016/S0038-0717(99)00082-6

Szabó T. (2012): Az aphron bázisú öblítő közeg alkalmazása geotermikus fúrásokhoz, Műszaki Földtudományi Közlemények, A Miskolci Egyetem közleménye, 83. kötet, 1. szám, pp. 199–210, ISSN: 1417-5398

Tillotson P., Sothcott J., Best I.A., Chapman M. és Li X.Y. (2012): Experimental verification of the fracture density and shear-wave splitting relationship using synthetic silica cemented sandstones with a controlled fracture geometry. Geophysical Prospecting, Volume 60, Issue 3, Pages 516-525, https://doi.org/10.1111/j.1365-2478.2011.01021.x

Xie H., Li A., Qin J. és Lazaro B. (2016): Manufacture of water wet artificial core by chemical modification method. International Symposium of the Society of Core Analysts, Snowmass, Colorado (USA), SCA2016-094

Xinghui L. és Faruk C. (1996): Formation Damage and Filtercake Buildup in Laboratory Core Tests: Modelling and Model-Assisted Analysis, Volume 11, Issue 01, SPE 27364, https://doi.org/10.2118/25215-PA

Younessi A., Rasouli V. és Wu B. (2013): Sand production simulation under true-triaxial stress conditions. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 61, Pages 130–140. https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2013.03.001

van Paassen L. A., van Loosdrecht M.C.M., Pieron M., Mulder A., Ngan-Tillard D.J.M. és van der Linden T.J.M. (2010): Strength and deformation of biologically cemented sandstone. Rock Engineering in Difficult Ground Conditions - Soft Rocks and Karst -Proceedings of the Regional Symposium of the International Society for Rock Mechanics, EUROCK 2009, ISBN 978-0-415-80481-3, Pages 405-410

Vickers, S., Cowie, M., Jones T., és Twynam A.J. (2006): A new methodology that surpasses current bridging theories to efficiently seal a varied pore throat distribution as found in natural reservoir formations, AADE Drilling Fluids Technical Conference, Pages 501 – 515, Corpus ID: 108781952

Viksne A., Berg J.W. és Cook K.L. (1961): Effect of porosity, grain contacts, and cement on compressional wave velocity through syntetic sandstones. Geophysics, Volume 26, Issue 1, Pages: 77-84, ISSN (print): 0016-8033, ISSN (online): 1942-2156, doi: 10.1190/1.1438847

Visser R. (1988): Acoustic measurements on real and synthetic reservoir rock, Proefschrift Technische Universiteit Delft (PhD-thesis Delft University), 191 pp, ISBN 90-9002-609-6,

Weinhardt B. és Heinemann Z. (1985): Artificial consolidated porous media for model investigations of 1-D-displacement. Handout, 10 pp.

www.insideenergy.org: The Rising Cost Of Cleaning Up After Oil And Gas, Stephanie Joyce, http://insideenergy.org/2015/10/01/the-rising-cost-of-cleaning-up-after-oil-and-gas/, Letöltve: 2022. 03. 01.

www.ofite.com/ceramic-filter-disks, Ceramic Filter Disks, Letöltve: 2022. 03. 01.

www.ogj.com: World energy consumption to increase 28% by 2040, Oil and Gas Journal editors,; https://www.ogj.com/articles/2017/09/eia-world-energy-consumption-to-increase-28-by-2040.html. Letöltve: 2022. 03. 01.

www.rigips.hu/hu/problemakorok/tuzgatlas, Letöltve: 2022. 03. 01.

Zheng M., Sun Q., Jiang G. és Ning F. (2014): Artificial Cores Technology of Simulating In-Situ Hydrate Bearing Sediment. The Electronic Journal of Geotechnical Engineering, Volume 19, Pages: 19029-19043

Mellékletek jegyzéke

- I. Nagynyomású cella
- II. Magbefogó cella
- III. Végdugó

Melléklet I.



Melléklet II.



Melléklet III.

