

Московский Физико-Технический Институт (Государственный Университет)

На правах рукописи

**РЫЖИКОВ Никита Ильич**

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИКИ ЗАХВАТА  
ЧАСТИЦ И ИЗМЕНЕНИЯ ПРОНИЦАЕМОСТИ ПРИ ФИЛЬТРАЦИИ  
СУСПЕНЗИИ ЧЕРЕЗ ПОРИСТУЮ СРЕДУ**

Специальность 25.00.10 – «Геофизика, геофизические методы поисков  
полезных ископаемых»

**ДИССЕРТАЦИЯ**

на соискание ученой степени кандидата  
физико-математических наук

Научный руководитель  
Кандидат физико-математических наук  
**Михайлов Д.Н.**

Москва – 2014

## Оглавление.

Оглавление.....	2
Введение.....	5
Глава 1. Краткий обзор развития методов описания процессов при фильтрации суспензии в пористой среде .....	11
1.1 Теоретические основы течения в пористых средах .....	13
1.2 Течение суспензии в пористой среде: классическая “deep-bed filtration” модель.....	15
1.3 Фенологические соотношения для кинетики захвата.....	16
1.4 Феноменологические соотношения для связи проницаемости и концентрации захваченных частиц .....	18
1.5 Описание процесса формирования внешней фильтрационной корки.....	19
1.6 Фильтрационные установки, используемые для экспериментального изучения течения суспензии в образцах пористой среды .....	21
1.7 Методы экспериментального определения параметров зоны коагуляции ...	27
1.8 Изучение внешней фильтрационной корки .....	35
1.9 Заключение по используемым методам характеристики зоны коагуляции .	38
Глава 2. Описание экспериментальной установки и проведения фильтрационных экспериментов .....	40
2.1 Описание методики исследования внешней фильтрационной корки.....	40
2.2 Описание экспериментальной установки для исследования воздействия загрязнителя на образец керна.....	42
2.3 Толщина подводящих трубок.....	48
2.4 Сжимаемость системы .....	50
2.5 Исследуемые пористые среды и суспензии.....	52
2.6 Методика проведения фильтрационных экспериментов .....	55
2.7 Заключение к главе.....	58
Глава 3. Метод получения профилей объемной доли захваченных частиц с помощью анализа рентгеновской компьютерной микротомографии .....	59

3.1	Применение рентгеновской компьютерной томографии для анализа пористой среды с захваченными частицами .....	59
3.2	Метод анализа формы гистограммы.....	64
3.3	Аппроксимация переходной зоны .....	68
3.4	Использование фильтра Кувахары (Kuwahara filter) .....	74
3.5	Метод минимизации.....	77
3.6	Проверка метода .....	79
3.7	Заключение к главе.....	85
Глава 4.	Анализ сколов образцов.....	87
4.1	Механизм окрашивания бентонитовой глины .....	88
4.2	Измерение реологических и фильтрационных свойств окрашенной глины... ..	89
4.3	Использование окрашенной глины в фильтрационных экспериментах.....	92
4.4	Анализ скола образцов для получения распределения захваченных частиц вдоль образца.....	94
4.5	Заключение к главе.....	96
Глава 5.	Акустическое исследование кернов .....	98
5.1	Система ультразвукового профилирования образцов .....	99
5.2	Калибровка датчиков и оценка «мертвого времени» .....	102
5.3	Получение профилей для загрязненных образцов .....	105
5.4	Математическая модель распространения $P$ -волны в насыщенной пористой среде.....	107
5.5	Количественная интерпретация профилей скорости распространения $P$ -волны. ....	112
5.6	Заключение к главе.....	119
Глава 6.	Использование полученных профилей распределения захваченных частиц для интерпретации экспериментальных данных .....	120
6.1	Введение .....	120
6.2	Гидравлическое сопротивление системы внутренней и внешней фильтрационной корок .....	120
6.3	Исследование чувствительности модели .....	124

6.4	Использование профиля объемной доли захваченных частиц для настройки параметров захвата.....	127
6.5	Настройка параметров фильтрации для экспериментов по фильтрации бентонитовой глины .....	131
6.6	Заключение к главе.....	133
	Заключение .....	134
	Список используемой литературы .....	137

## Введение

При фильтрации суспензии твердых частиц, взвеси глины, а также других дисперсных систем в пористой среде происходит захват (накопление) дисперсных частиц в поровом пространстве, в результате чего фильтрационные характеристики горных пород существенно ухудшаются. В настоящее время активно развиваются различные теоретические и экспериментальные подходы к исследованию течения суспензии через пористую среду, механизмов захвата частиц, изменения проницаемости и структуры порового пространства.

Закупорка пор твердыми частицами обычно называется кольтатацией, а обратный процесс (высвобождение твердых частиц) – суффозией. Область накопления твердых частиц в поровом пространстве обычно называется зоной кольтатации или внутренней фильтрационной коркой.

Традиционно для теоретического описания динамики накопления частиц дисперсной фазы в поровом пространстве используются феноменологические модели, основанные на кинетических уравнениях. Зависимость между проницаемостью пористой среды и содержанием частиц дисперсной фазы, захваченных в поровом пространстве, также описывается феноменологическими соотношениями.

На сегодняшний день получено несколько разновидностей феноменологических соотношений для описания течения различного рода дисперсных систем и полимеров. Тем не менее, вопрос о диапазоне применимости полученных зависимостей и их однозначности остается открытым.

Сложность и многопараметричность процесса кольтатации вызывают большие затруднения при экспериментальном моделировании этого процесса и интерпретации результатов экспериментов.

При значительной кольтатации пор, твердые частицы перестают внедряться в пористую среду и отфильтровываются на входной поверхности. Начинается формирование внешней фильтрационной корки. Однако в подавляющем большинстве работ

экспериментальные данные и теоретические модели относятся либо к процессу кольтматации, либо к росту внешней фильтрационной корки. Вопрос об объединении моделей и критерии начала формирования внешней фильтрационной корки слабо освещен в литературе и не подтвержден экспериментальными данными.

Одним из возможных путей решения описанных выше проблем является привлечение дополнительных экспериментальных данных, таких как распределение концентрации захваченных частиц по длине образца, для настройки модели и анализа механизмов захвата частиц в поровом пространстве.

Важное практическое приложение данной задачи – это проблема повреждения околоскважинной зоны пласта под воздействием проникших компонент бурового раствора (или промывочной жидкости). Это особенно актуально для горизонтальных скважин, так как заканчивание большинства из них производится в необсаженном состоянии (без эксплуатационной колонны).

Буровые растворы представляют собой сложные смеси полимеров, твердых частиц (размером от сотен до десятых долей микрон), глин и других добавок, содержащихся в “несущей” жидкости – основе бурового раствора, в качестве которой может выступать вода, нефть или синтетическая жидкость.

В процессе бурения под воздействием избыточного давления фильтрат бурового раствора, а также содержащиеся в нем мелкие частицы, и иные компоненты проникают в околоскважинную зону пласта и ухудшают ее коллекторские свойства, в первую очередь, снижается проницаемость. Формируется структура околоскважинной зоны пласта, включающая, в частности, внутреннюю (зона кольтматации) и внешнюю фильтрационные корки.

В процессе освоения скважины внешняя фильтрационная корка обычно разрушается, проникшие компоненты бурового раствора частично вымываются из околоскважинной зоны, а ее проницаемость частично восстанавливается. Тем не менее, часть проникших компонентов остается удержанной в поровом пространстве породы, что приводит к существенному различию между исходной и восстановленной проницаемостью.

Наличие зоны с ухудшенными свойствами обуславливает значительные потери пластовой энергии и снижение продуктивности по отношению к природному состоянию

пласта, искажает форму индикаторных кривых, влияет на данные испытателей пластов и геофизических приборов, затрудняя их интерпретацию.

Традиционные лабораторные фильтрационные эксперименты по исследованию воздействия суспензии на образец керна позволяют определить только изменение коэффициента проницаемости, которое обусловлено динамикой формирования и разрушения внешней фильтрационной корки на торце керна, а так же и накоплением/выносом компонент бурового раствора в породе.

Однако, распределение концентрации удержанных частиц и проницаемости в околоскважинной зоне представляет собой важную информацию для количественного анализа и контроля свойств околоскважинной зоны в нефтяных и газовых коллекторах.

Для детального изучения процесса коагуляции пористой среды в последние годы используются все более сложные экспериментальные подходы. В данной работе использован комплексный экспериментальный подход к изучению параметров процесса коагуляции, включающий фильтрационный эксперимент по закачке суспензии и анализ профиля концентрации частиц, захваченных в поровом пространстве. Предложены методы построения профилей концентрации для дисперсных фаз различных суспензий. Разработанный подход позволяет измерить распределение частиц суспензии по длине керна и оценить глубину проникновения компонент суспензии либо напрямую (если область проникновения соответствующих компонент не превышает размер керна), либо косвенно, используя известные аналитические решения и оценивая эмпирические параметры, полученных из экспериментальных данных.

**Цель настоящей работы** состоит в создании методов исследования динамики захвата частиц и изменения проницаемости при фильтрации суспензии через пористую среду. В качестве основных задач данного диссертационного исследования можно выделить:

**Основные задачи работы:**

- создание методики проведения фильтрационных экспериментов;
- проведение фильтрационных экспериментов с различными составами суспензий и различными образцами горных пород;

- создание экспериментальных методик для количественной оценки параметров зоны коагуляции в образцы горных пород;
- интерпретация экспериментальных данных с использованием полученных количественных параметров зоны коагуляции в образцах;

#### **Научная новизна.**

1. Метод определения кинетики захвата частиц и снижения проницаемости с использованием данных фильтрационных экспериментов и профилей распределения частиц суспензии вдоль исследуемых образцов.
2. Алгоритм анализа данных рентгеновской компьютерной микротомографии загрязненных образцов для получения пространственного распределения частиц суспензии в образце горных пород.
3. Метод окрашивания компонент суспензии с последующим анализом сколов образца для получения распределения проникших частиц суспензии.
4. Экспериментально зарегистрированный эффект влияния проникших твердых компонент суспензии на скорость распространения акустической волны в образце песчаника.
5. Метод количественной интерпретация эффекта изменения скорости распространения акустических волн в образце песчаника из-за проникновения твердых компонент суспензии.

#### **Защищаемые положения.**

1. Метод определения коэффициентов захвата частиц и снижения проницаемости пористой среды с использованием данных фильтрационных экспериментов и профилей распределения частиц суспензии вдоль исследуемых образцов.
2. Алгоритм анализа данных рентгеновской компьютерной микротомографии загрязненных образцов горных пород для получения пространственного распределения частиц суспензии в образце.
3. Метод окрашивания компонент суспензии с последующим анализом сколов образца для получения распределения проникших частиц суспензии.
4. Экспериментально зарегистрированный эффект влияния проникших твердых компонент суспензии на скорость распространения акустической волны в образце

песчаника и количественная интерпретация эффекта изменения скорости распространения акустических волн в образце песчаника из-за проникновения твердых компонент суспензии.

**Практическая значимость данной работы** обуславливается распространенностью исследуемого процесса переноса суспензии в пористых средах в различных технических приложениях. В частности, необходимостью анализа повреждения околоскважинной зоны пласта компонентами бурового раствора.

Применение предложенных в данной работе методов позволяет оценить глубину проникновения частиц и степень снижения проницаемости и пористости, что может быть использовано для выбора метода обработки околоскважинной зоны пласта, корректировки данных испытателей пластов и геофизических приборов.

Практическая значимость данной работы во многом обусловлена необходимостью создания математических модели для описания ухудшения фильтрационных свойств околоскважинной зоны пласта из-за проникновения твердых компонентов бурового раствора. Полученные данные могут лечь в основу настройки и проверки указанных моделей. Комбинирование гидродинамических данных экспериментов с параметрами зоны кольматации позволяет существенно ограничить диапазон параметров моделей, используемых для количественного описания кольматации, что, в свою очередь, обеспечивает большую достоверность модели.

Результаты данной работы легли в основу 3-х патентов [32,34,33] и еще 3-х патентных заявок [13,15,14].

#### **Личный вклад**

Диссертант лично создавал и улучшал методику проведения фильтрационных экспериментов, а так же проводил фильтрационные эксперименты. Принимал участие в разработке метода окрашивания компонент суспензии. Предложил и реализовал методику анализа сколов образцов, через которые был профильтрован окрашенный раствор. Создал метод анализа данных рентгеновской компьютерной микротомографии для получения пространственного распределения захваченных компонентов вдоль образца, основанной на анализе форме гистограмм отдельных сечений. Проводил измерения скорости звука в загрязненных и чистых образцах, зафиксировал эффект влияния проникших компонент

суспензии на скорость распространения акустической волны, а также обосновал изменения скорости звука из-за внесенных твердых компонент суспензии. Использовал рассчитанные профили распределения концентрации захваченных компонентов для анализа гидродинамических данных экспериментов. Участвовал в проведении экспериментов по оценке концентрации истекающего полимера с помощью измерения его реологических свойств. Им написано более 2/3 объема публикаций по теме диссертации.

#### **Апробация работы.**

По теме диссертации автором опубликовано 9 научных работ [9,39,42,40,43,41], из них 3 в журналах из перечня ВАК [44,23,24], 6 статей в научных сборниках и трудах конференций. Результаты исследований докладывались на семинарах в ИДГ РАН и в Московском Научном Центре Шлюмберже. На российских научных конференциях в Московском Физико-Техническом Институте (2010, 2011, 2013), в РГУ им. Губкина (2013, 2014), в БашГУ(2014), КГТУ (2012). Всего было принято участие в 7 научных конференциях из них 2 международных.

## **Глава 1. Краткий обзор развития методов описания процессов при фильтрации суспензии в пористой среде**

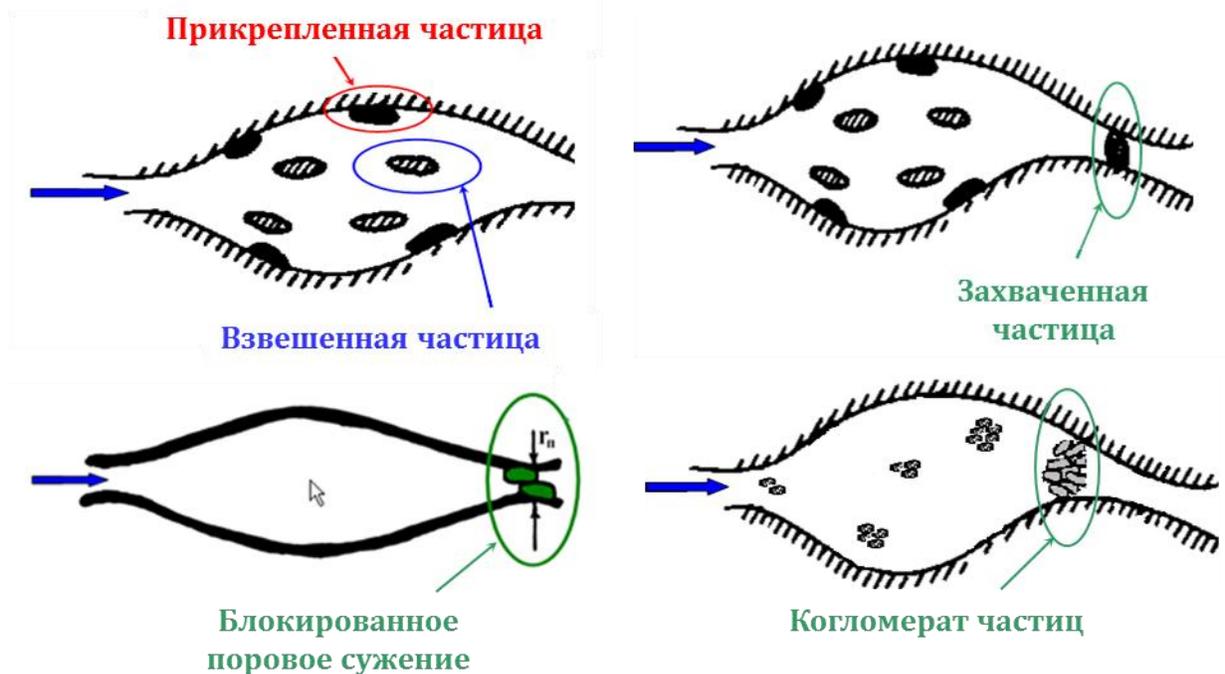
При фильтрации суспензии твердых частиц, взвеси глины, а также многих иных дисперсных систем в пористой среде происходит захват (накопление) дисперсных частиц в поровом пространстве, в результате чего фильтрационные характеристики существенно ухудшаются.

Закупорка пор твердыми частицами обычно называют кольматацией, а обратный процесс (высвобождение твердых частиц) – суффозией. Область накопления твердых частиц в поровом пространстве обычно называется зоной кольматации или внутренней фильтрационной коркой. В зависимости от морфологии пористой среды и свойств суспензии реализуются различные механизмы кольматации (Рис. 1) [54].

Изучение процесса кольматации пористых сред проводилось на протяжении нескольких десятилетий. Эти работы велись в нашей стране многими специалистами отраслевых, академических и вузовских коллективов под руководством Ангелопуло О.К., Бедриковецким П. Г., Димовым С.В., Динариевым О.Ю., Кадетом В.В., Кочиной И.Н., Михайловым Н.Н., Мищенко И.Т., Николаевского В.Н., Орнатским Н.В., Селяковым В. И., Турунтаевым С.Б., Филлиповым А.Н., Худжаеровым Б.Х., Шехтманом Ю. М. и др., за рубежом – Abrams A., Al-Abduwani F. A. H., Civan F., Darley H.C.H., Fordham E. J., Gray G. R., Herzig J.P., Ives K. J., Kurger R.F., Longeron D.G., Outmans H.D., Payatakes A., Rege S. D., Saleh S.T., Sharma M.M., Siqueira A.G., Tien C., и др.

В настоящее время активно развиваются различные теоретические и экспериментальные подходы к исследованию течения суспензии через пористую среду, механизмов захвата частиц, изменения проницаемости и структуры порового пространства [67,61,60,45,123,126,117,127]. Процесс фильтрации суспензий в

мембранах рассматривались в работах [90,94,93,80,132,133,4,46]. Среди теоритических подходов можно выделить классические модели (модели deep-bed filtration) [98,131,52,91,72,49,48,50 ,28,27] и более продвинутые сеточные [117,127], стохастические [63,76,123] и перколяционные [45,16] модели.



M.M. Sharma, AIChE Journal, 1987, Vol.33, №10.

**Рис. 1. Иллюстрация различных механизмов захвата дисперсной фазы в пористой среде.**

Традиционно для теоретического описания динамики накопления частиц дисперсной фазы в поровом пространстве используются феноменологические модели, основанные на кинетическом уравнении [67,91,98,131,139]. Зависимость между проницаемостью пористой среды и содержанием частиц дисперсной фазы, удержанных в поровом пространстве, также описывается феноменологическими соотношением [67,72,91,98,131,139,61].

На сегодняшний день получено множество разновидностей феноменологических соотношений для описания течения различного рода дисперсных систем и полимеров [52,91,98,61] в различных средах. Тем не менее,

вопрос о диапазоне применимости полученных зависимостей и их однозначности остается открытым.

С другой стороны, при значительной кольматации пор, твердые частицы перестают внедряться в пористую среду и отфильтровываются на входной поверхности (торце керна, стенке скважины и т.д.). Начинается формирование внешней фильтрационной корки.

## 1.1 Теоретические основы течения в пористых средах

При решении фильтрационных задач в пористой среде, линейные размеры, которых много больше характерного размера пор, обычно используют осредненные характеристики течения, что позволяет рассматривать пористый материал как сплошную среду, характеристики которой получаются в результате осреднения по некоторой окрестности, содержащей достаточное большое число пор [35,35,29,17].

Одной из важнейшей характеристикой пористой среды является пористость, равная относительной объемной доле порового пространства в материале. Если для образца однородного материала объемом  $V$ , объем пор составляет  $V_p$ , то пористость этого образца  $m$ :

$$m = \frac{V_p}{V}$$

Для описания процесса течения флюида в пористой среде обычно используют закон Дарси, который был получен экспериментальным путем в 1856 году для течения воды в трубах заполненных песком [73]. Позднее он был выведен и аналитически с помощью осреднения уравнения Навье-Стокса для течения в масштабах пор (например, см. [20]). Данный закон выражает линейную связь между скоростью фильтрации флюида  $\vec{w}$  и возникающим перепадом давления  $\Delta P$ , учитывая фильтрационные свойства пористой среды параметром проницаемости  $k$  и вязкость текущего флюида  $\mu$ :

$$\vec{w} = -\frac{k}{\mu} \nabla P \quad (1)$$

Единицей измерения проницаемости в СИ является м<sup>2</sup>. В практических приложениях часто используют дарси (1 Д  $\cong 1.02 \cdot 10^{-12}$  м<sup>2</sup>). Зависимость параметра проницаемости от структуры порового пространства рассматривалась многими исследователями. Например, для описания ламинарного течения в пористой среде часто используют модель капиллярных трубок Козени-Кармана [105,69], однако такая модель корректно работает лишь для пористых сред с простой конфигурацией, например, в виде упаковки шариков одинакового размера или насыпка песка. В случае сложной морфологии порового пространства используются более сложные модели для оценки проницаемости [112,83,71,81,3,5,6].

Данное выражение справедливо для ламинарного течения имеет верхние и нижние пределы применимости по скорости фильтрации жидкости. Верхний предел определяется проявлением турбулентных эффектов течения, ведущих к большим потерям давления на участке пористой среды, а нижний предел связан с проявлением реологических особенностей флюидов и их взаимодействия со стенками пористой среды при низких скоростях фильтрации.

Существует форма записи закона Дарси для многофазного течения [1,2,51,53,26] для чего вводятся параметры относительной фазовой проницаемости  $k_{rl}$  и насыщенности для каждой фазы  $l$ :

$$\vec{w} = -\frac{kk_{rl}}{\mu_l} \nabla P_l \quad (2)$$

Случай течения двухфазной жидкости в анизотропной пористой среде рассматривался в работе [11].

## 1.2 Течение суспензии в пористой среде: классическая “deep-bed filtration” модель

Суспензии – это смесь веществ, где твердое вещество распределено в виде мельчайших частиц в жидкости во взвешенном состоянии. Твердая фаза в таком случае называется – дисперсной фазой, а жидкая – дисперсионной средой.

Особенности течения суспензии обусловлены зависимостью вязкости суспензии  $\mu$  от концентрации дисперсной фазы  $C$ .

В случае малоконцентрированных суспензий зависимость вязкости суспензии от концентрации дисперсной фазы можно определить по обобщенной формуле Эйнштейна [37]:

$$\mu(C) = \mu_0(1 + \chi C) \quad (3)$$

где здесь  $\chi$  – эмпирический коэффициент (примем  $\chi = 2.5$ , как для суспензии твердых шариков).

С другой стороны, по ходу фильтрации суспензии через пористую среду, под воздействием различных механизмов дисперсная фаза будет захватываться в пористой среде, изменяя ее фильтрационно-емкостные свойства, которые становятся зависимыми от доли объема пористой среды, занимаемой захваченными частицами  $\sigma$ : проницаемость  $k(\sigma)$  и пористость  $m(\sigma)$ .

Классическая “deep-bed filtration” модель включает уравнения переноса и захвата частиц. Обычно используются следующие допущения: изначально пористая среда насыщена той же жидкостью, что и дисперсионная среда; скорости фильтрация фаз подчиняются линейному закону Дарси; физические скорости частиц совпадают со скоростью несущей жидкости (отсутствие проскальзывания); частицы и жидкость несжимаемы; частицы быть либо мобильными, либо лишенными мобильности (захваченными поровыми ловушками); диффузионным движением частиц пренебрегается.

В такой постановке закон Дарси примет следующий вид:

$$w = -\frac{k(\sigma)}{\mu(C)} \frac{\partial}{\partial x} P \quad (4)$$

В рамках сделанных допущений, для одномерного течения (вдоль оси  $x$ ), уравнения для переноса и захвата частиц в пористой среде имеет следующий вид:

$$\frac{\partial}{\partial t} (m(\sigma)C) + w \frac{\partial}{\partial x} C = -q_p \quad (5)$$

$$\frac{\partial \sigma}{\partial t} = q_p \quad (6)$$

$$m(\sigma) = m_0 - \sigma \quad (7)$$

, где  $q_p$  – интенсивность захвата компонент в породе пласта.

Для замыкания системы уравнений (4)-(7), необходимо описать кинетику захвата  $q_p$  и зависимости проницаемость пористой среды от доли порового пространства, заблокированного частицами  $k(\sigma)$ .

### 1.3 Фенологические соотношения для кинетики захвата

В 1937 г., Iwasaki[99] основываясь на экспериментальных наблюдениях, предположил, что для медленной фильтрации суспензии через пористую среду, профиль концентрации частиц в фильтре имеет экспоненциальный вид, так что:

$$\frac{\partial C_p}{\partial x} = -\lambda C \quad (8)$$

Соответственно, используя уравнения переноса (5), и профиль концентрации частиц (8), можно записать кинетическое уравнение захвата следующим образом:

$$\frac{\partial \sigma}{\partial t} = \lambda w C \quad (9)$$

где  $\lambda$  – коэффициент захвата.

Коэффициент захвата  $\lambda$  по своей сути выражает вероятность захвата частицы на длине фильтрации и имеет размерность  $m^{-1}$ . Он зависит от параметров, как суспензии, так и пористой среды, и может быть получен путем решения статистической задачи, учитывающей распределения частиц суспензии и пор по

размерам. В силу сложности решения подобных задач и неполной информации о структуре поровых каналов, наиболее оптимальным способом определения коэффициента является проведения лабораторных фильтрационных экспериментов

Уравнение (9) предполагает постоянный коэффициент захвата, однако, в общем случае параметр  $\lambda$  может изменяться со временем по мере накопления частиц в пористой среде.

Для учета этого эффекта вводится коррелирующая функция  $F(\sigma)$  (см. например Tien[131]):

$$\lambda = \lambda_0 F(\sigma) \quad (10)$$

где  $F$  – корректирующая функция уравнения захвата частиц,  $F(0) = 1$ .

Таким образом, скорость захвата будет иметь следующий вид:

$$\frac{\partial \sigma}{\partial t} = \lambda_0 F(\sigma) w C \quad (11)$$

Функция  $F$  может иметь различный характер в зависимости от структуры порового пространства, механизма захвата и наличия отрыва осевших частиц при определенных скоростях течения флюида (см. Таб. 1).

**Таб. 1. Список различных соотношений для параметра захвата  $F(\sigma) = \frac{\lambda}{\lambda_0}$ ,**

Выражение	Параметры	Авторы
$F = 1 + b\sigma; b > 0$	$b$	Iwasaki, 1937 [99]; Stein, 1940 [130]
$F = 1 - b\sigma; b > 0$	$b$	Mehter et al., 1970 [113]; Орнатский и др., 1955 [31]
$F = 1 - \frac{\sigma}{\phi_0}$		Heertjes and Lerk, 1967 [89]; Шехтман, 1961 [52]
$F = 1 - \frac{\sigma}{\sigma_u}$		Maroudas and Eisenklam, 1965b [111]
$F = \left( \frac{1}{1 + b\sigma} \right)^n; b > 0, n > 0$	$b, n$	Mehter et al., 1970 [114]
$F = \left[ \frac{m(\sigma) (1 - m_d)}{m_0 (m_0 - \sigma)} \right]^n$	$n$	Deb, 1969 [75]
$F = \left( 1 + \frac{b\sigma}{m} \right)^{n_1} \left( 1 - \frac{\sigma}{m_0} \right)^{n_2}; b > 0$	$b, n_1, n_2$	Mackrle et al., 1965 [109]

$F = 1 + b\sigma - \frac{a\sigma^2}{m_0 - \sigma}; b > 0, a > 0$	$a, b$	Ives, 1960 [96]
$F = \left(1 + \frac{b\sigma}{m}\right)^{n_1} \left(1 - \frac{\sigma}{m_0}\right)^{n_2} \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_u}\right)^{n_3}; b > 0$	$b, n_1, n_2, n_3$	Ives, 1969 [97]

#### 1.4 Феноменологические соотношения для связи проницаемости и концентрации захваченных частиц

Зависимость между объемом захваченных частиц и проницаемостью породы  $k(\sigma)$ , так же необходимая для замыкания системы уравнений, в общем случае не может быть получена из простых модельных представлений (т.к. снижение проницаемости определяется действием нескольких факторов, зависящих как от свойств частиц, так и от морфологии порового пространства) и также определяется эмпирически исходя из динамики расхода и перепада давления.

В случае фильтрации полимеров [139], малоцентрированных суспензий или мобилизации природных мелких частиц [131,125,91], экспериментальные данные хорошо описывались зависимостью:

$$\frac{k}{k_0} = \frac{1}{1 + \beta\sigma} \quad (12)$$

где  $\beta$  – эмпирический коэффициент.

В литературе также часто встречаются зависимости, основанные на модели капиллярных трубок Козени-Кармана, дающие степенную взаимосвязь [131,52,91,67,25]:

$$\frac{k}{k_0} = \left(1 - \gamma \frac{\sigma}{m_0}\right)^M \quad (13)$$

Авторы [124] предположили, что снижение проницаемости может быть представлено в виде произведения трех функций:

$$\frac{k}{k_0} = k_{dp} k_{ds} k_{dt} \quad (14)$$

где  $k_{dp}(\sigma)$  – снижение проницаемости из-за снижения пористости;  $k_{ds}(\sigma)$  – снижение проницаемости из-за увеличения удельной поверхности;  $k_{dt}(\sigma)$  – снижение

проницаемости из-за увеличения извилистости, причем  $k_{dt}$  соответствует выражению (12).

Согласно (13) проницаемость обращается в нуль если  $\sigma = \varphi_0/\gamma$ . Физически данный эффект может реализоваться только при полной гидродинамической блокировке поровых каналов захваченными частицами.

Однако обычно частицы образуют внутри порового пространства упаковку, обладающую своей пористостью и проницаемостью. Следовательно, проницаемость пористой среды будет отличной от нуля даже при заполнении кольматантом всего порового пространства и может быть описана, например, согласно [72]:

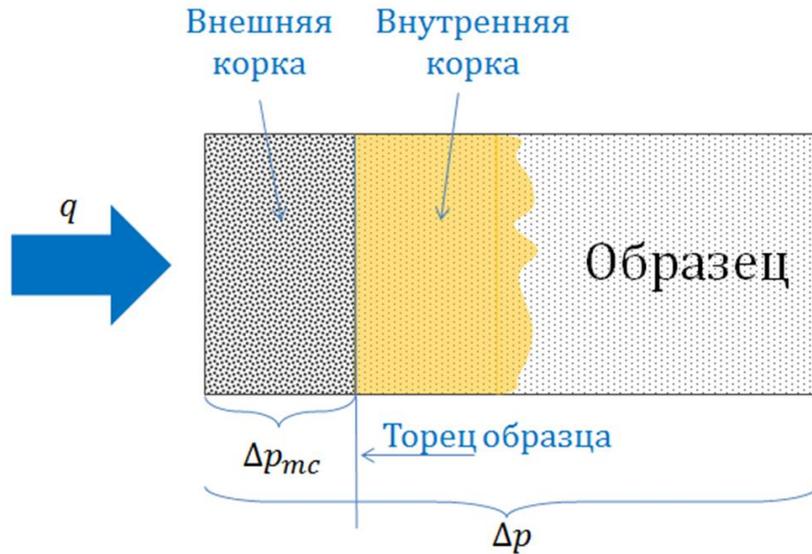
$$k = k_0 \left( 1 - \gamma \frac{\sigma}{m_0} \right)^M + \gamma \frac{\sigma}{m_0} k_c \quad (15)$$

где  $k_c$  – проницаемость упаковки частиц в поровом пространстве.

В целом, несмотря на большое разнообразие соотношений для кинетики захвата и проницаемости, в литературе нет четко сформулированного критерия применимости того или иного выражения.

## **1.5 Описание процесса формирования внешней фильтрационной корки**

После определенного момента фильтрации суспензии через пористую среду эффективный гидравлический радиус поровых каналов снижается настолько, что частицы суспензии перестают проникать в пористую среду, а на поверхности фильтруемой пористой среды начинается формироваться внешняя фильтрационная корка (Рис. 2). На данном этапе, основными параметрами, определяющими процесс фильтрации, являются толщина фильтрационной корки и ее проницаемость.



**Рис. 2. Схема формирования внешней и внутренней фильтрационных корок.**

Рост внешней фильтрационной корки описывается уравнением, основанным на балансе массы частиц и фильтрата (см. например [116]).

$$\frac{\partial h_{mc}}{\partial t} = -\alpha w; \quad \alpha = \frac{C}{(1 - C)[1 - m_{mc}(\Delta P_{mc})]} \quad (16)$$

а также законом Дарси для скорости фильтрации через фильтрационную корку:

$$w = -\frac{k_{mc}(\Delta P_{mc})\Delta P_{mc}}{\mu_{mf} h_{mc}} \quad (17)$$

где  $h_{mc}$  - толщина внешней фильтрационной корки;  $\Delta p_{mc}$  - перепад давления на внешней фильтрационной корке;  $k_{mc}$  и  $m_{mc}$  - проницаемость и пористость внешней фильтрационной корки, соответственно.

Система уравнений (16), (17) включает два замыкающих соотношения  $k_{mc}(\Delta p_{mc})$  и  $m_{mc}(\Delta p_{mc})$  - изменение проницаемости и пористости внешней фильтрационной корки при изменении на ней перепада давления.

Для некоторых типов глинистых растворов экспериментально получена степенная зависимость [70]:

$$k_{mc}(\Delta p) = k_{mc}^0 \left( \frac{\Delta p_0}{\Delta p} \right)^\delta; \quad (18)$$

$$m_{mc}(\Delta p) = m_{mc}^0 \left( \frac{\Delta p_0}{\Delta p} \right)^\chi$$

где  $\Delta p_0$  – перепад давления, при котором измерено  $k_{mc}^0$  и  $m_{mc}^0$ .

В случае несжимаемой внешней фильтрационной корки, для фильтрации с постоянным перепадом давления на поверхности площадью  $A$  выражение для объемного расхода примет следующий вид:

$$q = \frac{dV}{dt} = - \frac{k_{mc} \Delta p}{\mu C} \frac{1 - m_{mc}}{V_{inj}} A^2 \quad (19)$$

Гидравлическое сопротивление, определяемое как отношение перепада давления и подаваемого расхода, внешней фильтрационной корки тогда примет следующий вид:

$$J_{ext} = \frac{\Delta p}{q} = \frac{\mu C}{k_{mc}(1 - \varphi_{mc})A^2} V_{inj} \quad (20)$$

Проинтегрировав выражение (19), получим широко используемое среди экспериментаторов эмпирическое выражение (см., например, [108]) для зависимости объема фильтрата от времени:

$$V_{inj} = \sqrt{\frac{2k_{mc}\Delta p(1 - \varphi_{mc})A^2}{\mu C}} \sqrt{t} = a\sqrt{t} \quad (21)$$

## 1.6 Фильтрационные установки, используемые для экспериментального изучения течения суспензии в образцах пористой среды

Основным практическим применением полученных в данной работе результатов является определение механизмов захвата твёрдых компонент бурового раствора в породах околоскважинной зоны и соответствующего снижения

проницаемости. Выбор оборудования и образцов для исследования определялся условиями, при которых происходит этот процесс

Буровой раствор представляет собой смесь жидкостей (модификаторов реологии, ПАВов и несущей жидкости) и твёрдой фазы (кольматант, утяжелители, выбуренный шлам) [7],[19]. Из-за избыточного давления в буровой колонне возможно проникновение компонент бурового раствора в околоскважинную зону пласта. Образуется зона кольматация и формируется внешняя фильтрационная корка. Для исследования физических механизмов их формирования используются различные экспериментальные методики.

Для проверки кольматирующей способности раствора и оценки свойств внешней фильтрационной корки используют фильтр-прессы. Основным параметром, измеряемым при работе с фильтр-прессом является потеря фильтрата бурового раствора через образец горной породы при фиксированном перепаде давления. Фильтр-прессы могут быть как простой фильтрационной ячейкой, так и быть оснащены перемешивающими механизмами для поддержания бурового раствора во взвешенном состоянии и системой поддержания температуры.

Для более детального количественного анализа процесса кольматации образцов горной породы необходимо использовать оборудование, позволяющее контролировать большее число параметров исследуемого образца и воспроизводящее реальные условия. На Рис. 3 изображена схема простейшей установки, описанной Doane et al. [78], которая состоит из кернодержателя, датчика перепада давления на кернодержателе, насоса для создания горного давления, емкость с исследуемым буровым раствором, насос, обеспечивающий подачу бурового раствора в образец, и емкость для сбора фильтрата. Эту схему можно считать опорной для всех видов фильтрационных установок.

В более сложных установках добавляются элементы термостабилизации, изменяется схема течения бурового раствора, и модернизируются уже упомянутые компоненты, но общий принцип остается тем же.

На Рис. 4 приведена схема, также представленная Doane et al. [78], в которой реализована термостабилизация бурового раствора и кернодержателя, а также осуществляется не прямая прокачка бурового раствора через образец, а циркуляция бурового раствора в кернодержателе, что в большей степени соответствует реальным условиям во время бурения.

Фильтрационные эксперименты, в которых осуществляется циркуляция суспензии по касательной к входному торцу, создавая сдвиговое напряжение, называются динамическими. Соответственно, эксперименты без циркуляции называются статическими.

Фильтрационное исследование буровых растворов проводится не только для линейной конфигурации, но и для радиальной, например, Saleh et al. [119] использовал цилиндрический образец с отверстиями в центре, Toth et al. [66] использовал дисковые образцы с отверстиями, Bouhroum and Civan [68] использовали сегмент образца дискообразной формы. Эксперименты с радиальной конфигурацией позволяют лучше воспроизводить особенности фильтрационных потоков вблизи скважины. Пример схемы кернодержателя с радиальной конфигурацией приведен на Рис. 5.

С другой стороны, подготавливать образцы для экспериментов с кернодержателем линейной конфигурации гораздо проще, что и обуславливает их широкое распространение. К тому же, если проникновение компонентов не глубокое, радиальная конфигурация будет слабо отличаться от одномерной. На Рис. 6 приведена схема кернодержателя линейного типа, обеспечивающего циркуляцией бурового раствора вдоль торца образца.

Для измерения давления на нескольких интервалах исследуемого образца в кернодержателе, вдоль образца устанавливаются несколько выходов как показано на схеме на Рис. 6. Измерение перепада давления на нескольких участках использовалось в работах [107],[101],[8],[10].

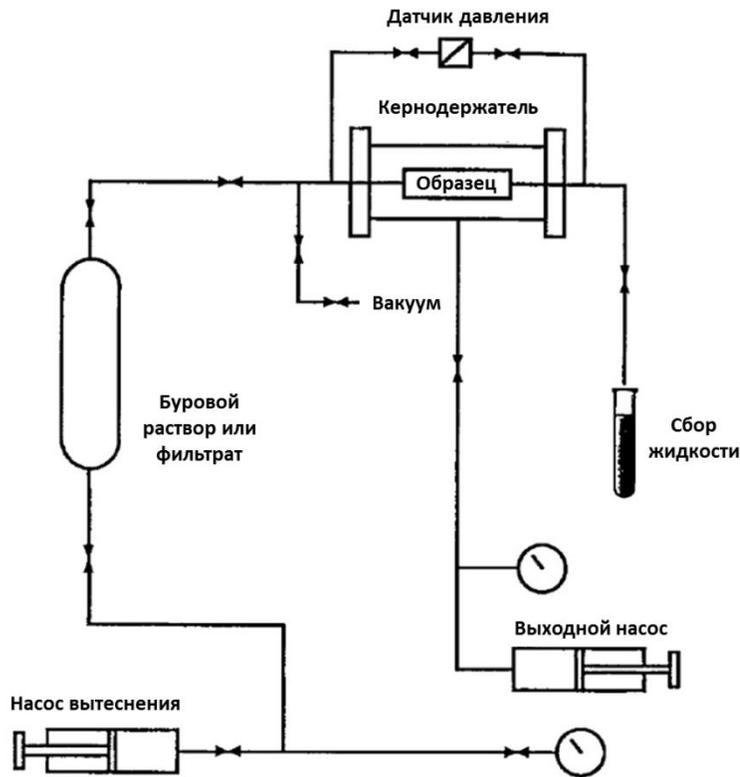


Рис. 3. Схема примитивной фильтрационной установки [78].

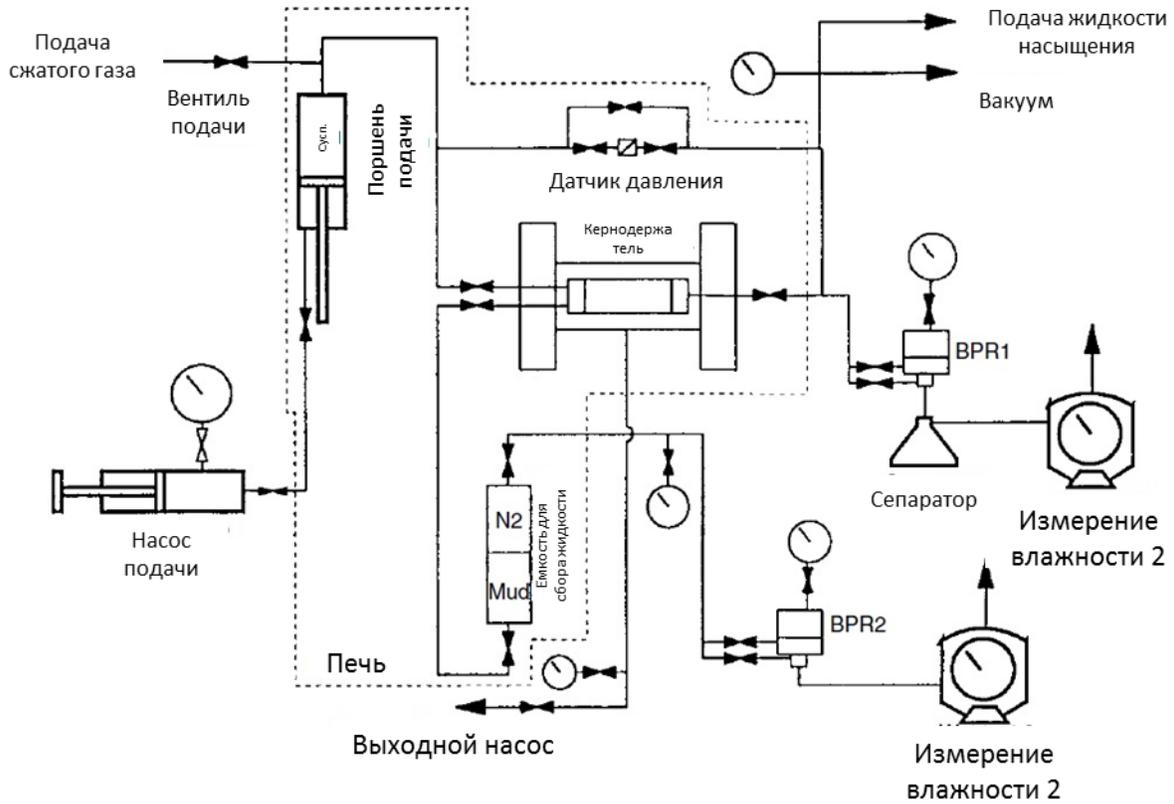


Рис. 4. Схема фильтрационной установки с циркуляцией бурового раствора [78].

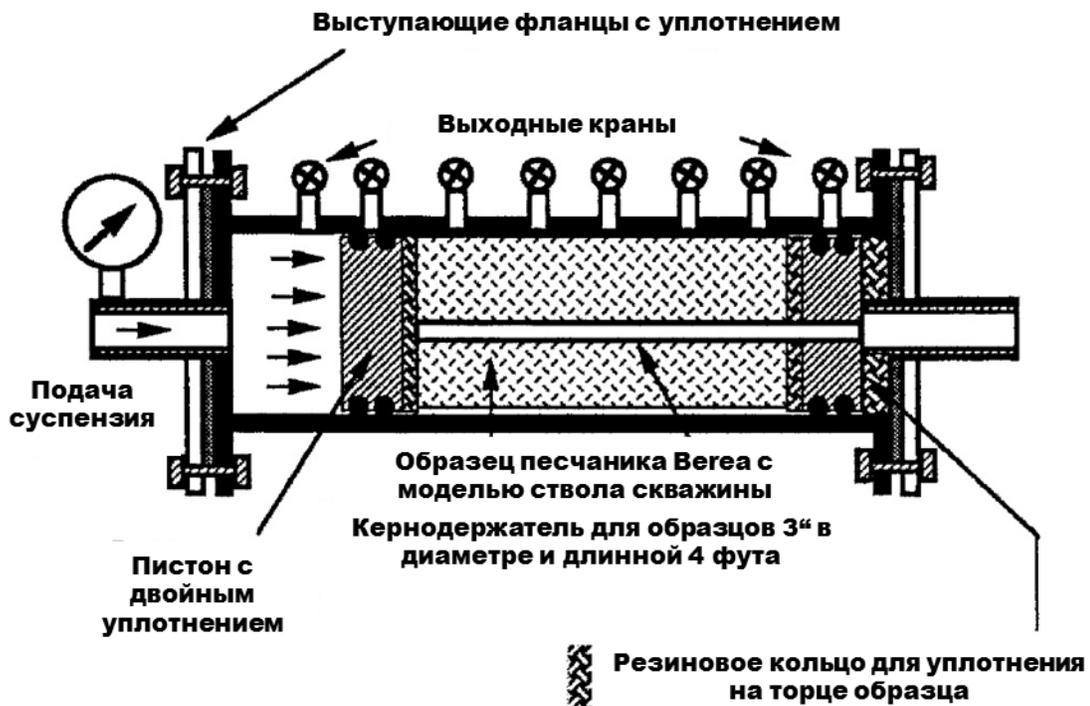
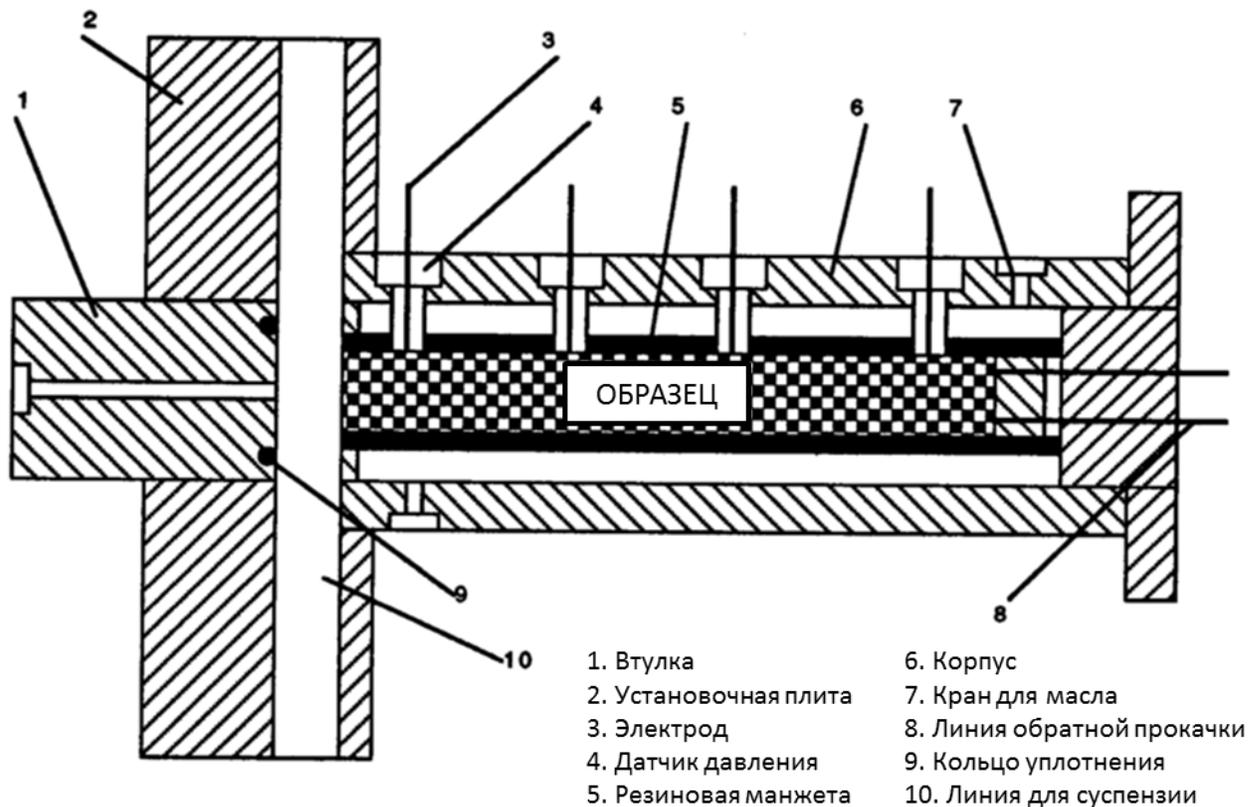


Рис. 5. Схема кернодержателя с реализованной радиальной конфигурацией фильтрации бурового раствора (работа [119])



**Рис. 6. Схема кернодержателя с несколькими отводами для измерения давления и возможностью осуществлять циркуляцию бурового раствора вдоль торца исследуемого образца, используемого в работе [10178].**

Таким образом, существует широкий спектр различного оборудования для проведения экспериментального исследования повреждения пласта компонентами бурового раствора и конкретное оборудование должно выбираться под задачу исследования.

В данной работе фильтрация суспензий исследовалась на сложной фильтрационной установке, позволяющей воспроизводить процесс течения суспензий в пористой среде с формированием внешней и внутренней фильтрационных корок. Дополнительно проводились исследование формирования внешней фильтрационной корки на фильтр-прессе.

## 1.7 Методы экспериментального определения параметров зоны кольтматации

Базовой экспериментальной работ по фильтрации суспензии в пористой среде является работа Iwasaki, в которой регистрировалась концентрация вытекающей суспензии при фильтрации ее через насыпку песка. Результаты экспериментов легли в основу традиционного способа описания фильтрации суспензии в пористой среде, при котором вводится коэффициент захвата. Параллельно проводились работы (см. например [138]) по изучению проникновения компонент буровых растворов в пористую среду, основным результатом которых были рекомендации для состава буровых растворов (выбор дисперсионной среды, оптимальное распределение по размерам для дисперсной фазы [1] и др.).

Как отмечалось раньше, классическая “deep-bed filtration” модель, представленная, например, Herzig et. al [91], Sharma and Yortsos [126] содержит две группы параметров: параметры захвата и параметры снижения проницаемости, необходимые для моделирования процесса фильтрации суспензии через пористую среду.

Pang and Sharma [125] и Wennberg and Sharma [137] показали что обе группы параметров определяются с помощью измерений перепада давления на керне и концентрации частиц в вытекающей суспензии. Такие эксперименты в большинстве случаев позволяют независимо определить коэффициент захвата и динамику его изменения, после чего с помощью анализа гидродинамических данных определяют параметры снижения проницаемости.

Bedrikovetsky [62] предложил иной способ определения параметров фильтрации используя данные перепада давления на двух участках или трехточечный метод (имеется в виду, что перепад давления измеряется в трех точках или на двух участках образца). Такой метод позволяет определить параметры фильтрации без использования дополнительного дорогостоящего и сложного

оборудования (как например [136],[128]), которое требуется для определения концентрации частиц в вытекающем из исследуемого образца потоке.

Однако у него есть ряд существенных недостатков. Во-первых, данный метод требует, чтобы частицы суспензии проникли на довольно значительную глубину, изменив гидравлическое сопротивление на обоих участках. Сделать же участки короткими не позволяют технологические ограничения. Во-вторых, необходимо, чтобы объем суспензии, пошедший на формирование внутренней корки, значительно превосходил поровый объем участков, на которых проводится измерение давления.

Alvarez et. al. [58] предложил в своей работе совместную обработку данных по концентрации дисперсной фазы в вытекающем из исследуемого образца потоке и трехточечного измерения давления. Метод хорошо показал себя на искусственно созданных данных с добавленным шумом, однако не смог корректно интерпретировать реальные экспериментальные данные [59,110]. Из этого был сделан вывод о том, что данные по концентрации дисперсной фазы на выходе из образца и профили распределения захваченных частиц вдоль образца являются более надежными данными для настройки моделей основанных на классической теории, чем метод измерения давления в трех точках.

Kau and Lawler [102] в своей работе использовали эксперименты по фильтрации воды через песчаную насыпку с измерением концентрации дисперсной среды в различных участках пористой среды. Вода набиралась в озере и дисперсной фазой в данном эксперименте служили естественные частицы, в основном карбид кальция. Во время фильтрации в различных частях насыпки отбирались пробы для измерения концентрации дисперсной фазы, и измерялся перепад давления. В отобранных пробах проводилось оценки распределения дисперсной фазы по размерам, что позволяло оценить так же изменение динамику распределения при фильтрации. Данный метод является инвазивным и не подходит для работы с консолидированными образцами горных пород.

Stanley [129] использовал радиоактивные метки  $I^{131}$  для наблюдения за особенностями фильтрации воды в песчаной насыпке. С помощью счетчиков Гейгера, он измерял динамику оседания дисперсной фазы в пористой среде. Метод проявил себя хорошо, но требует использование специфического оборудования.

В работе [56] Al-Abduwani et. al исследовался процесс фильтрации частиц гематита через консолидированный образец песчаника. Концентрация частиц гематита в вытекающей из образца суспензии измерялась в разных экспериментах с помощью лазерной дифракции, атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии.

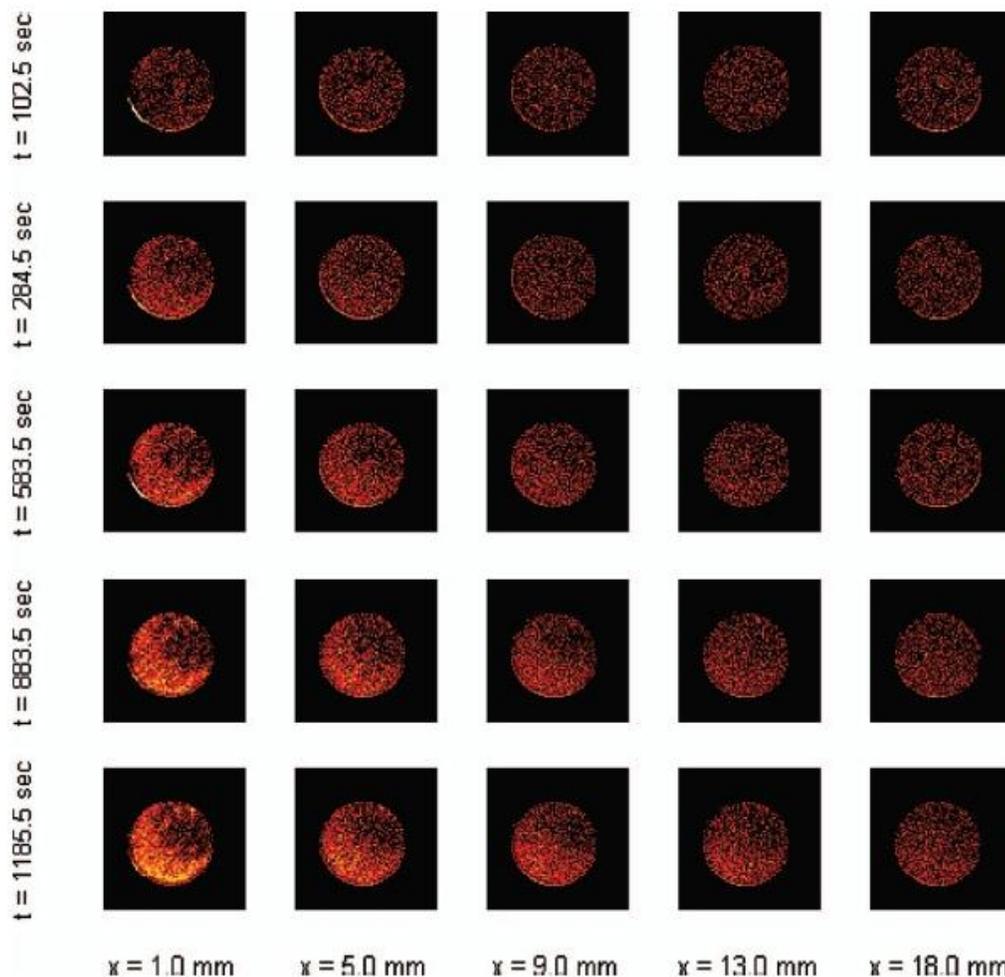
Другой важной частью этой работы является измерение профиля концентрации частиц оставшихся в исследуемых образцах. После фильтрации, с помощью химического анализа участков образцов и визуального анализа поверхностей расколотого образца (расколотый образец представлен на Рис. 7), был получен профиль распределения частиц гематита в образце. Несмотря на низкое пространственное разрешение и сложность проведения такого рода анализа, полученные данные оказались пригодными для настройки теоретической модели.



**Рис. 7. Фото расколотого на сегменты образца для последующего визуального анализа поверхности скола и химического анализа участков.**

В последующих работах [56,55] Al-Abduwani сконцентрировался на измерении только профилей концентрации частиц в образце с помощью рентгеновской компьютерной томографии, причем подобные профили строились в режиме реального времени, в процессе фильтрации. Используемый при фильтрации гематит

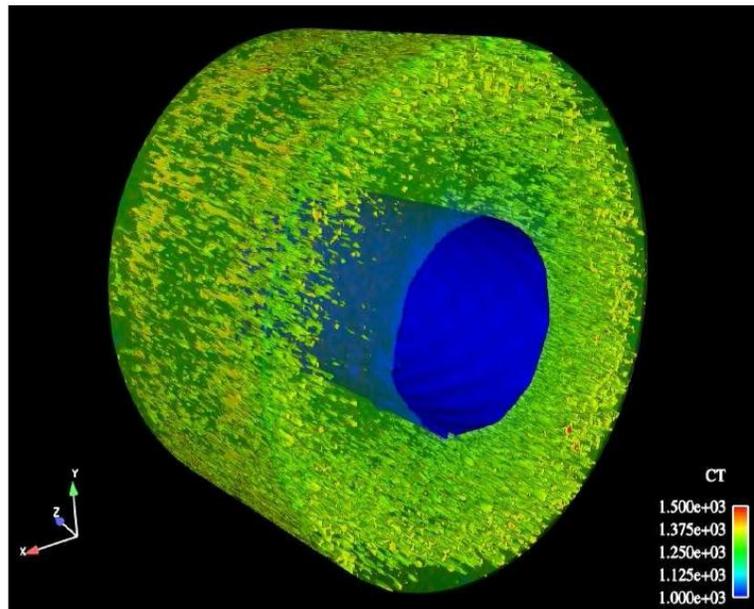
хорошо контрастировал на томографии, что позволяло получить профили с хорошей точностью (см. пример результатов на Рис. 8). Используемое в данной работе разрешение позволяло качественно оценить распределение концентрации проникших в образец частиц гематита, но было недостаточно для визуализации микроструктуры пористой среды и захваченных в ней образцов. На схожей установке позднее проводились работы [74,100,121]. Похожую технику использовал Ali [57], но вместо СТ-сканера он использовал обычную линейную рентгеновскую томографию.



**Рис. 8. Визуализация процесса инъекции частиц гематита в образец песчаника с помощью рентгеновской компьютерной томографии.**

Иным образом был поставлен эксперимент в работе E.S. Sales [120]. исследовался процесс изменения пористости образца искусственного песчаника в

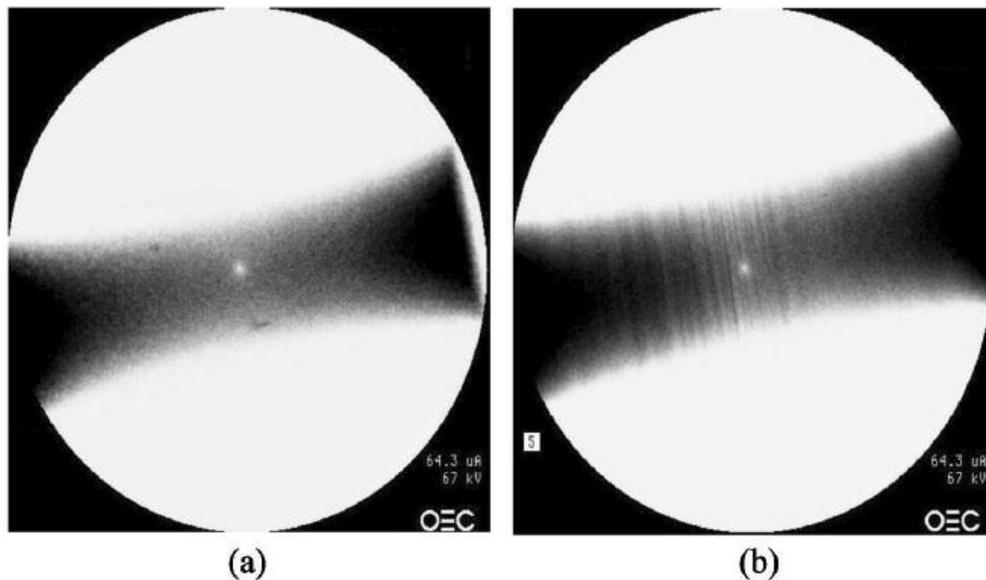
ходе проникновения бурового раствора с высокой концентрацией частиц  $\text{CaCO}_3$  при радиальной фильтрации (поток буровой жидкости поступал через высверленное в центре образца отверстие). После завершения закачки бурового раствора, через внешние стенки образца начиналась закачка нефти, создавая обратное течение от внешних стенок образца к отверстию в его центре – моделируя обратную промывку скважины. Рентгеновская томография образца производилась после всех стадий эксперимента: первоначальное введение нефти в образец, введение бурового раствора и обратная промывка образца. С помощью специального программного обеспечения была построена трехмерная модель образца, поврежденного буровым раствором (Рис. 9) и восстановленного, в результате обратной промывки образца.



**Рис. 9. Реконструкция образца после проведения теста на повреждение пористости образца частицами  $\text{CaCO}_3$ .**

A.G.Iscan et. al [95] с помощью рентгеновской томографии провели оценку уменьшения пористости образца песчаника из-за проникновения частиц бурового раствора. Сопоставляя результаты рентгеновского сканирования образца до и после проведения фильтрационного эксперимента (Рис. 10), авторы получали профили изменения пористости, тем самым характеризуя процесс кольтматации.

Контрастность в этом эксперименте обеспечивалась баритом, входящим в состав используемого бурового раствора.

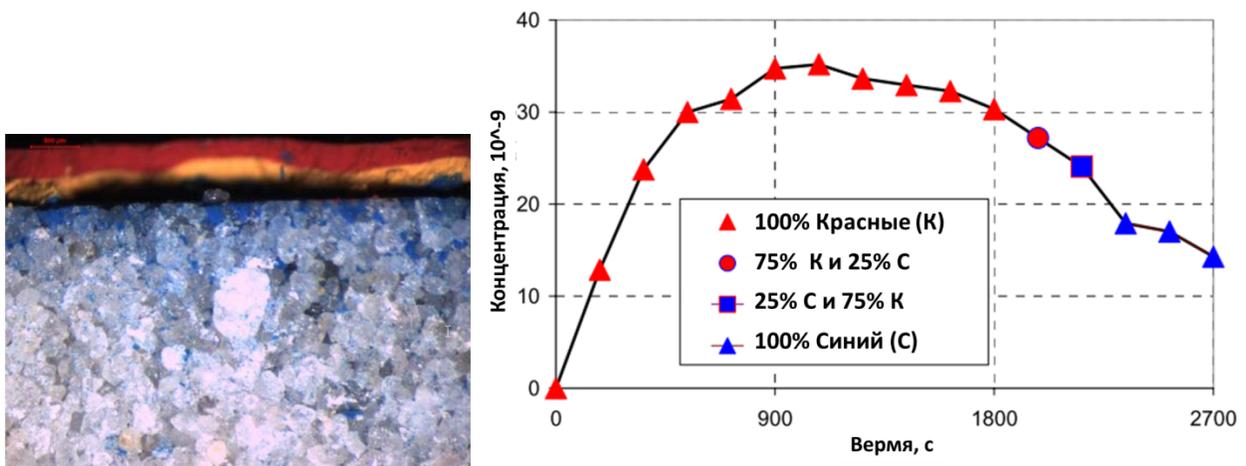


**Рис. 10. Изображение до (a) и после (b) проведения фильтрационных экспериментов.**

В целом, широкое распространение использование рентгеновской томографии и рентгеновской компьютерной томографии для исследования процесса коагуляции обусловлено, с одной стороны, необходимостью в неразрушающем методе построения концентрации захваченных частиц с высоким пространственным разрешением, а с другой стороны – быстрым развитием данных технологий и увеличением их доступности для исследовательских групп. В представленных работах, томография предоставляла качественные результаты при работе с контрастным коагулянтном, даже на довольно низком разрешении. Контрастность компонентов суспензии обеспечивалась с помощью использования частиц гематитов, баритов или кальцитов, которые обладают высокой плотностью, и элементы которых обладают большим атомным числом. Данные компоненты довольно часто являются компонентами реальных суспензий применяемых в технологических приложениях: бариты и гематиты используются для утяжеления бурового раствора, кальциты – как размерные частицы для формирования

качественной внешней фильтрационной корки. Но в используемых в промышленности суспензиях часто присутствуют также и другие слабоконтрастные для рентгеновского излучения, например, глины и полимеры.

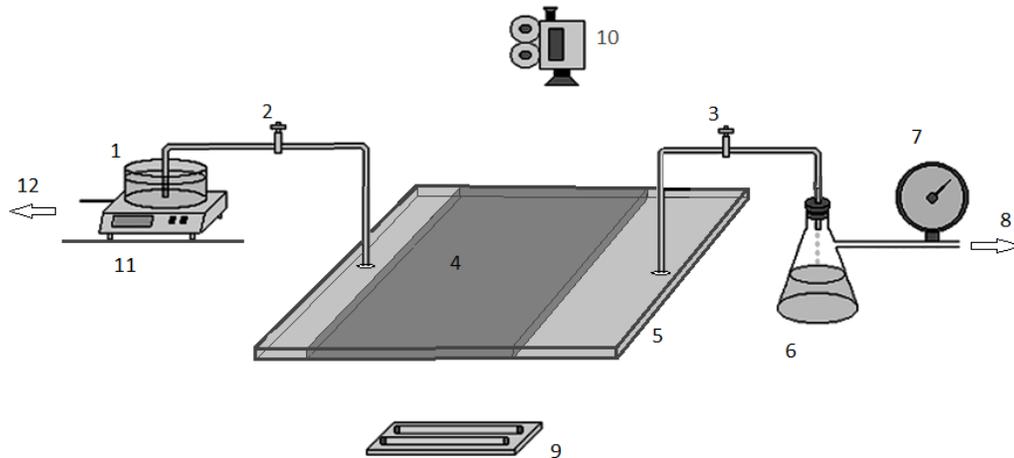
Альтернативный способ построение профиля захваченных частиц был предложен в работе [134] Turekhanov et. al. В качестве дисперсной фазы в суспензиях использовались латексные шарики определенного размера, часто используемые для фильтрационных экспериментов (например, в [118]) из-за возможности обеспечить их с узким распределением по размеру. Туреханов предложил использовать окрашенные разными цветами латексные шарики, причем каждый цвет соответствовал конкретному среднему размеру шариков. Во время фильтрационных экспериментов отбирались пробы фильтрата на выходе из образца, а после экспериментов образцы раскалывались. По RGB анализу проб можно было наблюдать, как меняется соотношение тех или иных частиц в вытекающей суспензии по мере фильтрации. Сколы использовались для качественной характеристики процесса (см. пример результатов на Рис. 11).



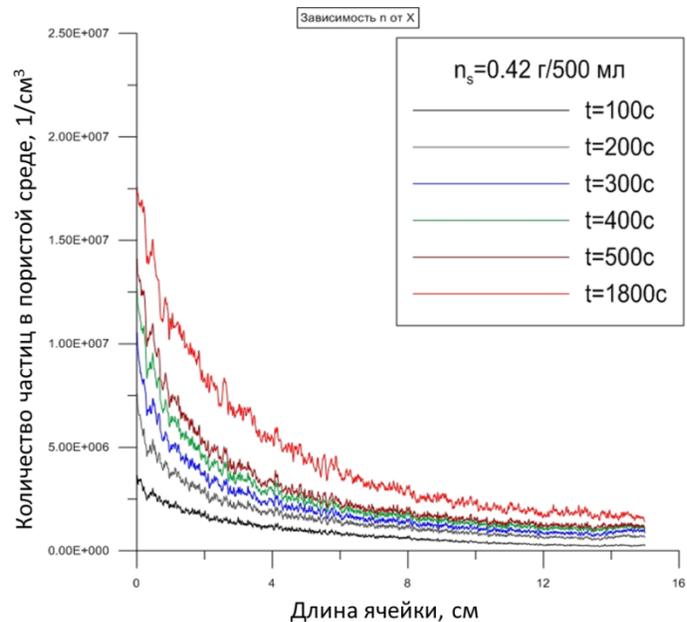
**Рис. 11. Скол образца после фильтрационного эксперимента и динамика концентрации вытекающей суспензии с анализом изменения цвета шаров.**

В работе Габовой и др. [86] использовали специальную фильтрационную установку с ячейкой Хеле-Шоу, позволяющую наблюдать процесс фильтрации, а в данном случае процесс коагуляции пористой среды, в качестве которой выступал сжатый поролон. Прозрачные стенки ячейки и почти прозрачная пористая среда

позволяют рассчитывать по снимкам концентрацию захваченных частиц вдоль образца. Основными недостатками данного метода является ограничение на максимальное давление в проводимых экспериментах, связанная с использованием данной ячейки, и структура используемого пористого материала.



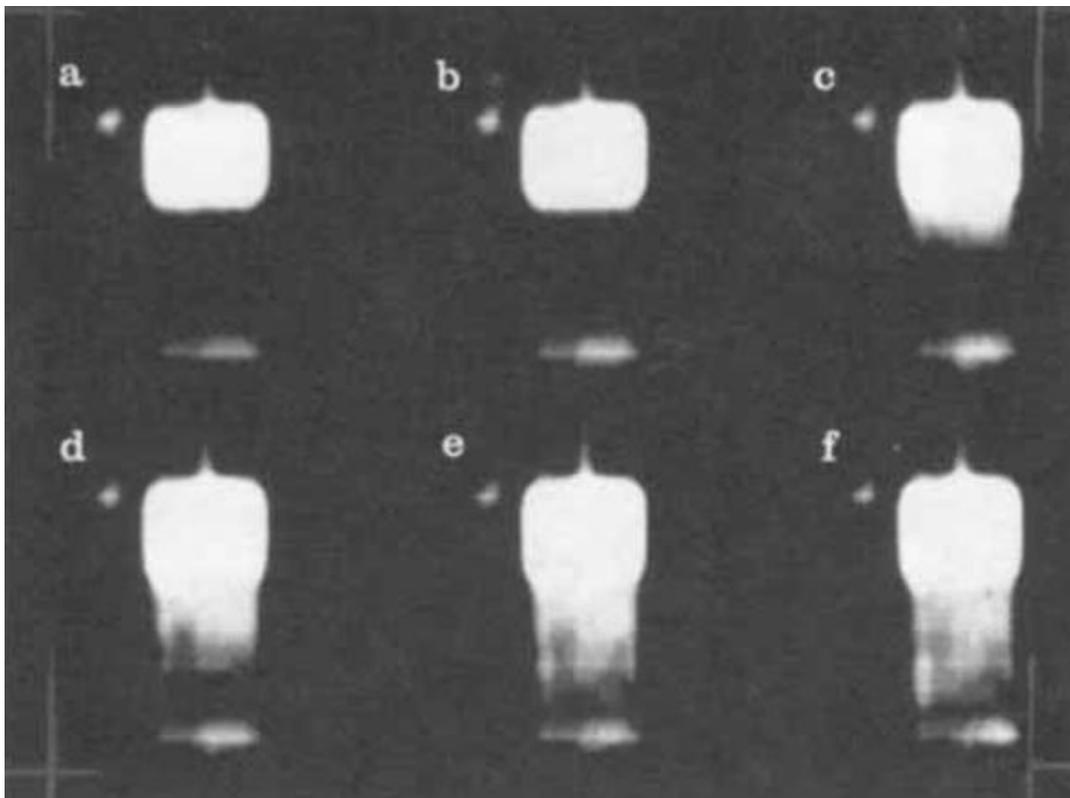
**Рис. 12.** Установка для фильтрации с ячейкой Хеле-Шоу, позволяющей визуально наблюдать процесс коагуляции пор частицами. 1 – емкость с суспензией, 2,3 – трубки, 4 – лист поролона, 5 – пористый массив, 6 – буферная емкость, 7 – манометр, 8 – к вакуумному насосу, 9 – лампа подсветки, 10 - фотокамера, 11 – весы, 12 – к компьютеру. Данная установка использовалась в работе [86].



**Рис. 13.** Снимок ячейки Хеле-Шоу с модельной пористой средой в виде сжатого поролона во время фильтрации суспензии (слева) и профили

**концентрации частиц вдоль ячейки в разные моменты времени  
фильтрации, полученные в работе [86].**

Отдельно стоит упомянуть работу [85], в которой Fordham оценивал глубину проникновения частиц глины с помощью метода ядерного магнитного резонанса. В данной работе измерялось время релаксации  $T_1$  во время фильтрации глинистого раствора. Было так же показано, что после определенного момента фильтрации рост зоны кольматации прекратился (см. Рис. 14), и происходило лишь накопление внешней фильтрационной корки (за 100 секунд фильтрации между снимками e и f, профиль глины практически не изменился).



**Рис. 14. ЯМР визуализация процесса проникновения глины в образец горной породы. Снимки соответствуют временам фильтрации: а – 7.6 с, б– 9.5 с, с – 11.4 с, d – 13.3 с, e – 15.2 с, f – 119.7 с.**

### **1.8 Изучение внешней фильтрационной корки**

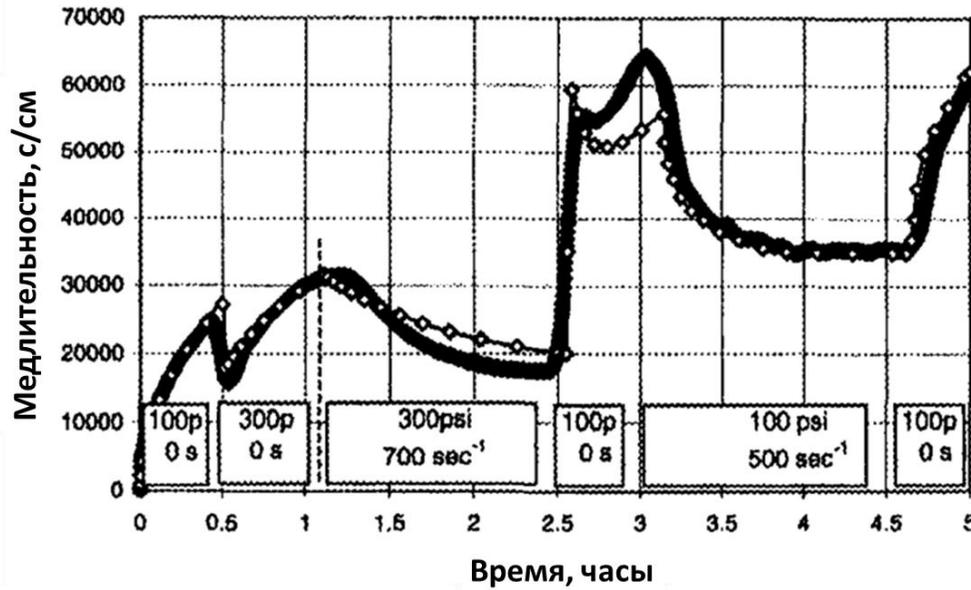
Изучение внешней фильтрационной корки не столь затруднено как внутренней. Обычно для такого рода экспериментов используются простые установки по фильтрации, позволяющие оценить скорость роста гидравлического

сопротивления на внешней фильтрационной корки от объема фильтрата при использовании конкретной суспензии. Исследуется также аспект влияния скорости сдвига в приторцевой части образца пористой среды на динамику формирования внешней фильтрационной корки. Хорошим примером подобных исследований являются работы [108,107,77]. Эффекты сжимаемости внешней фильтрационной корки перепадом давления и последующее изменение ее свойств наблюдалось в работе [70].

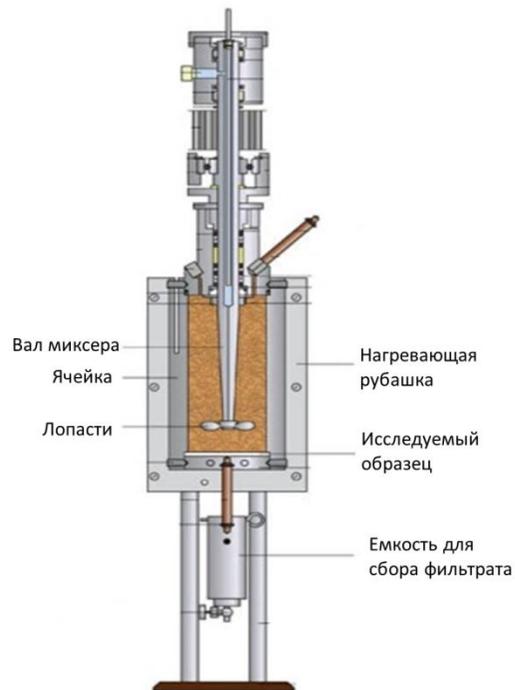
Наиболее полно исследования свойств внешней фильтрационной корки представлены в работе [70] Dewan et. al. В ней было проведено обобщения наиболее важных эффектов, наблюдаемых во внешней фильтрационной корки: влияния тангенциального напряжения на динамику формирования внешней корки, сжимаемости корки, разрушения корки, гистерезисный эффект для корок при смене перепада давления на фильтруемом образце. Было введено шесть параметров определяющих формирование внешней фильтрационной корки: пористость, проницаемость, два коэффициента сжимаемости – нормальный и гистерезисный, два параметра для эрозии фильтрационной корки – без и с перепадом давления.

В работе приведены результаты экспериментальных тестов на динамическом фильтр-прессе с возможностью нагрева ячейки (см. схему на Рис. 16). При проведении фильтрационных экспериментов, данные по объему фильтрата записывались на компьютер, что позволяло оценить параметры формирования внешней корки на основе предложенной методы. Представлены результаты проведенных тестов для набора буровых растворов, на которых были получены введенные параметры.

Утвержденная методика контроля параметров буровых растворов [36] включает в себя определение показателя фильтрации при пропускании бурового раствора через бумажный фильтр (т.е. когда процесс фильтрации полностью определяется проницаемостью и скоростью роста внешней фильтрационной корки).



**Рис. 15. Экспериментальное исследование эффекта гистерезиса и размытия внешней фильтрационной корки [70]. Медлительность соответствует обратной величине от скорости фильтрации.**



**Рис. 16. Схема фильтр-пресса, использованного в работе [70].**

## **1.9 Заключение по используемым методам характеристики зоны кольматации**

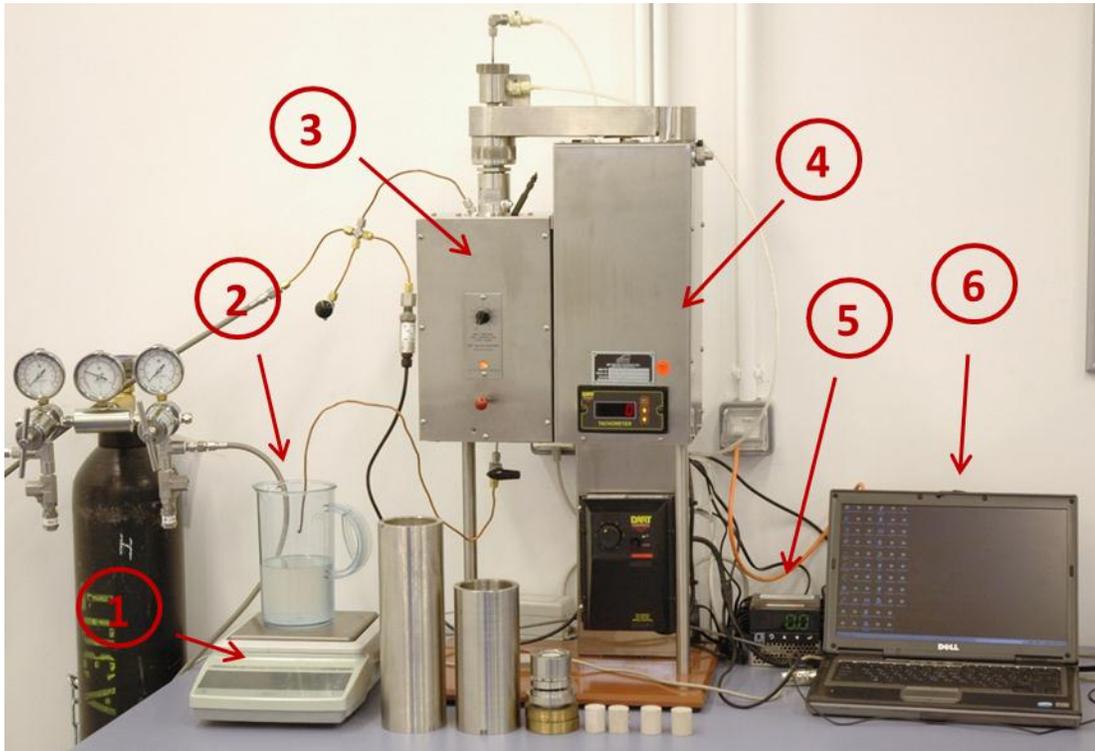
Для характеристики процесса кольматации пористой среды кроме обычных гидродинамических параметров необходимо использовать дополнительные данные для однозначного определения группы параметров захвата и параметров снижения проницаемости. Основным видом дополнительных данных, используемых в литературе, являются профили динамики концентрации дисперсной фазы в вытекающей суспензии и профили концентрации захваченных частиц суспензии вдоль образца. Исследование динамики концентрации вытекающей суспензии более удобно и менее требовательно по оборудованию, и поэтому более распространено в литературе, однако не подходит для всех видов экспериментов. В случае с высокими коэффициента захвата, когда зона кольматация довольно узкая, исследование концентрации вытекающей суспензии невозможно, в силу полного отфильтровывания частиц в образце. Такие коэффициенты захвата наиболее характерны для нефтегазовых приложениях, когда речь идет о высоко концентрированных суспензиях буровых растворов. Единственным способом качественно настроить коэффициенты модели в таком случае является получения профиля концентрации захваченных частиц суспензии вдоль фильтруемого образца. Наиболее популярный метод, встречающийся в литературе для получения такого рода профилей – использование рентгеновской томографии и компьютерной томографии. Данный метод хорошо себя проявляет для работы с тяжелыми и плотными дисперсными фазами: бариты, гематиты и кальциты, однако, для получения профилей менее контрастных компонентов, данный метод не может гарантировать качественных измерений. Перспективным методом можно назвать визуальные исследования сколов фильтруемого образца, потому что он не требователен к физическим свойствам дисперсной фазы, однако для его реализации необходимо обеспечить цветовой контраст захваченных частиц в пористой среде.

Именно эти методы и были опробованы и использованы для характеристики зоны кольматации в рамках настоящей работы.

## **Глава 2. Описание экспериментальной установки и проведения фильтрационных экспериментов**

### **2.1 Описание методики исследования внешней фильтрационной корки**

В процессе фильтрации суспензии через пористую среду, после определенного момента фильтрации, на поверхности исследуемой пористой среды начинает формироваться внешняя фильтрационная корка, определение параметров которой требует специального оборудования. Самым распространённым оборудованием этих целей является фильтр-пресс. Фильтр-пресс представляет собой фильтрационную ячейку, в дно которой устанавливается необходимый фильтр. После установки фильтра, в ячейку заливается исследуемая суспензия и создается давление внутри ячейки, например с помощью сжатого газа. Из-за разницы давления внутри и снаружи ячейки, суспензия начинает фильтроваться, и образующийся фильтрат вытекает из ячейки. Объем фильтрата измеряют и по нему оценивают свойства сформировавшейся фильтрационной корки.

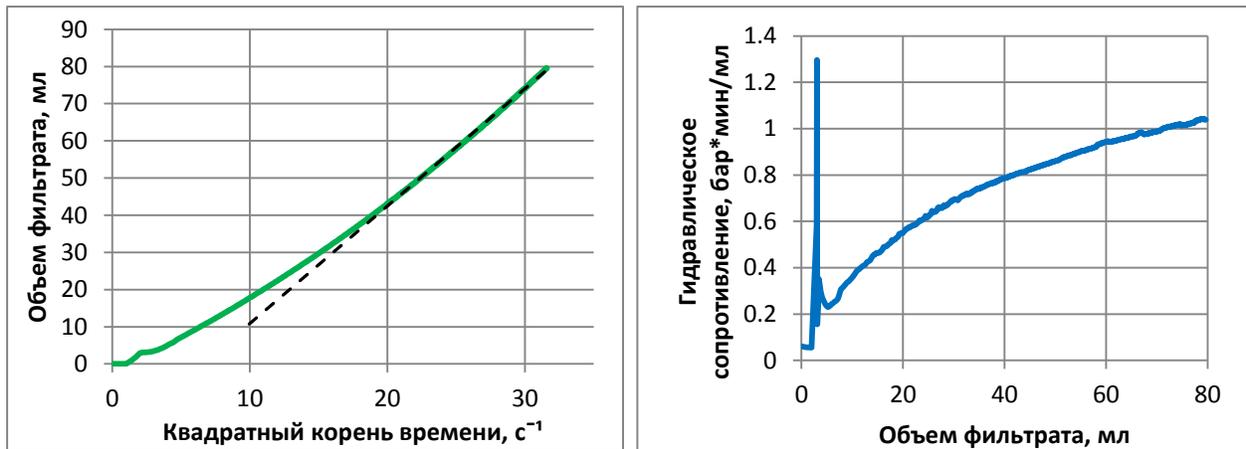


**Рис. 17. Динамический фильтр-пресс для работы с высоким давлением и температурой производства компании Ofite. Цифрами отмечены: 1 – Весы для измерения прошедшего фильтрата, 2 – стакан для сбора фильтрата, 3 – фильтрационная ячейка в обогревающем кожухе, 4 – система управление температурой и создания циркуляции, 5 – датчик давления, 6 – компьютер, на которой происходит запись показаний датчика давления и весов в реальном времени.**

Наиболее полно список основных свойств внешней фильтрационной корки и методы их определения с помощью динамического фильтр-пресса были описаны в работе [70] Dewan et. al, представленной ранее. В настоящей работе использовали динамический фильтр-пресс производства компании Ofite схожий с тем, что использовал Dewan (см. Рис. 17). Объем фильтрата измерялся с помощью весов, данные в режиме реального времени записывались на компьютер, позволяя анализировать процесс формирования внешней корки.

На Рис. 18 приведен пример типичных результатов, полученных на фильтр-прессе. В представленном случае исследовалась фильтрация суспензии бентонитовой глины с концентрацией 10 г/л через бумажный фильтр при перепаде давления в 1.38 МПа. Слева представлена зависимость объема фильтрата от корня

квадратного из времени фильтрации. На конечном этапе фильтрации данная зависимость выходит на прямую, что согласуется с выражением (21). На правом графике представлена зависимость гидравлического сопротивления сформировавшейся корки от объема фильтрата для этого же эксперимента. Такого рода данные использовались для изучения свойств внешней фильтрационной корки и интерпретации стадии ее формирования в экспериментах на фильтрационной установке с образцами керна.



**Рис. 18. Зависимости объема фильтрата от корня из времени (левый график) и гидравлического сопротивления от объема фильтрата (правый график) для эксперимента на фильтр-прессе.**

## **2.2 Описание экспериментальной установки для исследования воздействия загрязнителя на образец керна**

Исследования процесса кольтатации образцов в пластовых условиях предъявляет особые требования к экспериментальному оборудованию. В частности, установка должна воспроизводить близкие к пластовым условия: температуру, горное давление, поровое давление.

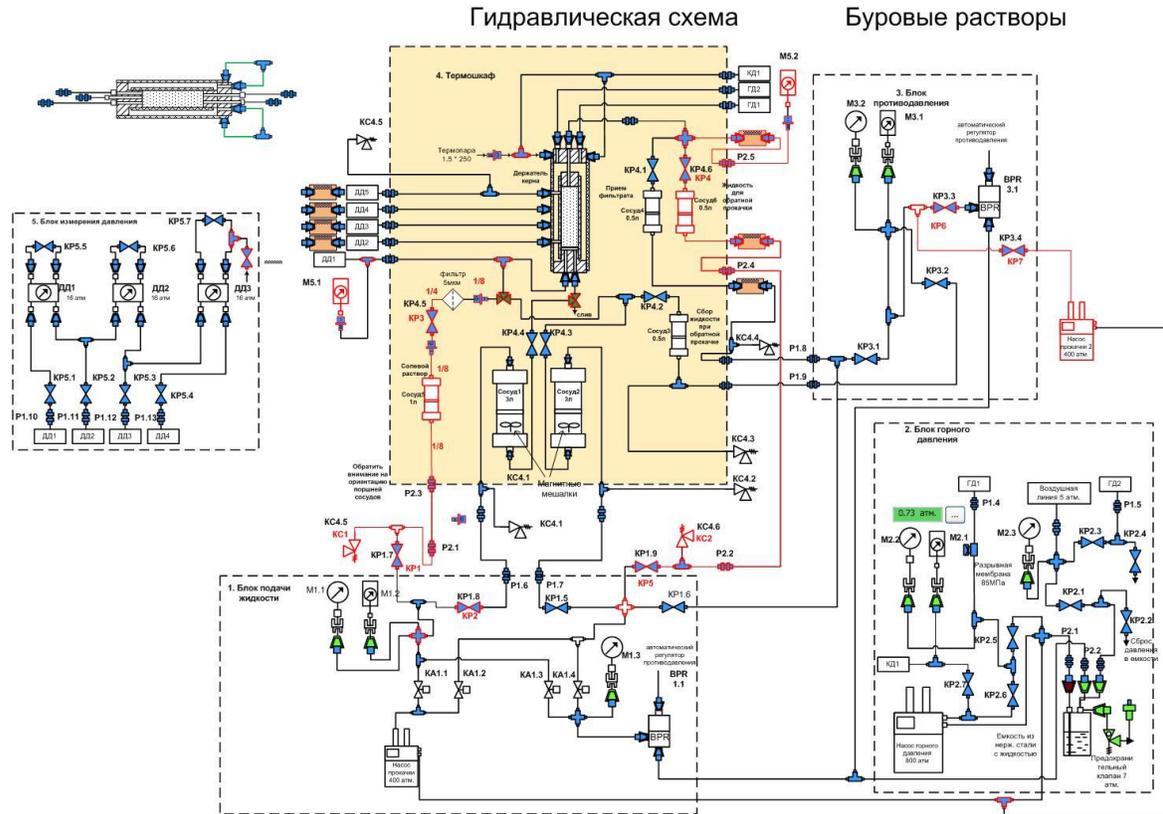
Кольматация может менять различные физические свойства горной породы, так что установка так же должна проводить гидродинамические и другие физические измерения в процессе фильтрации для исследования динамики процесса кольтатации.

Как уже отмечалось ранее, основным технологическим приложением исследуемых закономерностей проникновения суспензии в пористую среду является определение механизмов захвата компонент бурового раствора в околоскважинной зоне пласта. В процессе бурения, из-за движения буровой коронки, буровой раствор циркулирует в скважине, что является важным эффектом меняющим динамику формирования внешней фильтрационной корки, что сказывается на глубине проникновения фильтрата бурового раствора и общее загрязнение пласта. Таким образом, обеспечение циркуляции суспензии частиц во входной части кернодержателя, является важным аспектом фильтрационных экспериментов. Установка должна воспроизводить процесс омывания торца образца, поддерживая постоянной концентрацию частиц суспензии в приторцевой зоне.

Еще одним нюансом является поддержание суспензии во взвешенном состоянии во время закачки, так как в покое будут оседать из жидкости на дно сосуда.



**Рис. 19. Установка ПИК-ИБР.**



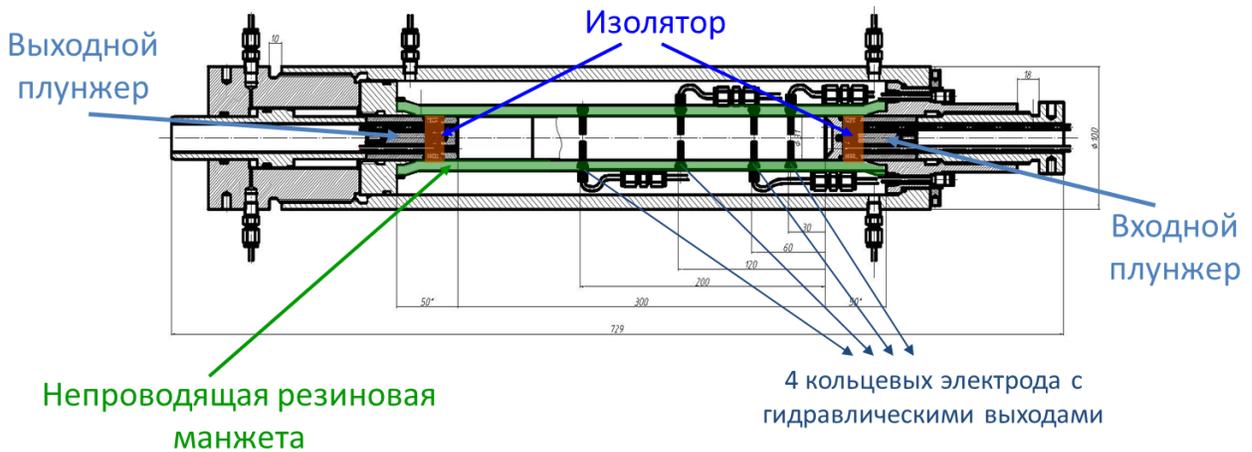
**Рис. 20. Гидравлическая схема установки**

Основным аппаратом для проведения фильтрационных экспериментов стала установка ПИК-ИБР, произведенная ООО «Геологика» (см. Рис. 19, Рис. 20). Данная установка рассчитана на поровое давление в 40 МПа, горное давление в 80 МПа, что полностью удовлетворяет целям исследования. Так же, все емкости данной установки помещены в термостабилизирующий шкаф Binder с рабочей температурой до 150° С. Два поршневых насоса с шаговыми двигателями создают горное и поровое давления – Насос Горного Давления (НГД) и Насос Прокочки (НП), соответственно. Диапазон возможных расходов для НП – 0.001÷50 мл/мин, для НГД – 0.001÷20 мл/мин. В зависимости от конфигурации конкретного эксперимента, расход на выходе из образца контролируется либо еще одним насосом, поддерживающим постоянное давление, либо с помощью вывода жидкости на весы через механический блок противодействия.

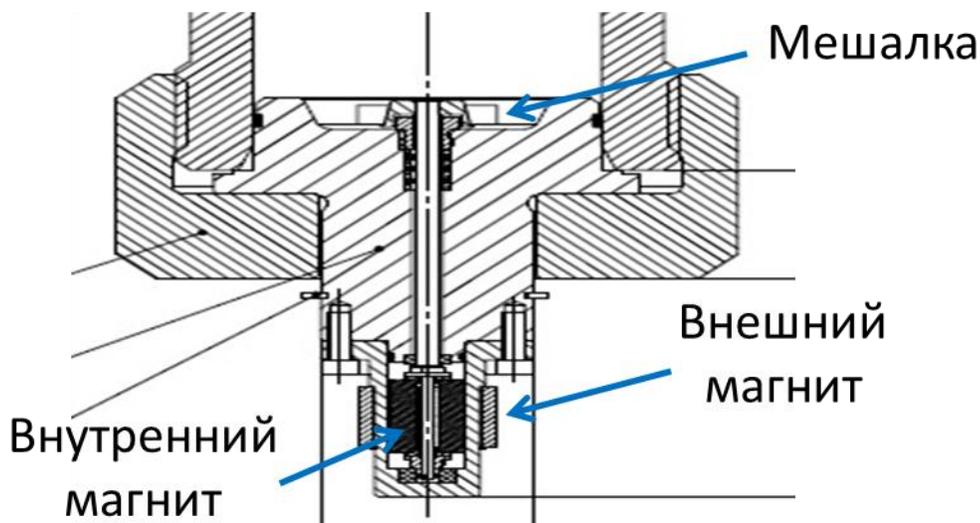
Для изучения динамики перепада давления вдоль кернодержателя расположены специальные выходы согласно схеме на Рис. 21. Схема кернодержателя Дифференциальное давление измеряется с помощью датчиков давления Метран-150 с максимальной измеряемым диапазоном давлений от 32 кПа до 1600 кПа и точностью от 0.1% от измеряемой величины на давлениях до 100 кПа и 0.03% на давлениях свыше.

Циркуляция в приторцевой части образца в случае динамической фильтрации осуществляется с помощью особой конструкции входного плунжера кернодержателя (Рис. 23) и двух сосудов с исследуемой суспензией. Оба сосуда оснащены перемешивателями для поддержания суспензии в взвешенном состоянии. Объем каждого сосуда составляет 3 литра. Как показано на Рис. 24, в процессе эксперимента суспензия проходит из одного сосуда в другой через входной плунжер кернодержателя и часть проходящей жидкости фильтруется через исследуемый керн под действие перепада давления. При обратной прокачке реализуется статическая фильтрация с отбором, выходящей из образца жидкости в отдельный сосуд.

Для корректной интерпретации экспериментальных данных проводилось моделирование течения во входном плунжере при различных режимах фильтрации с помощью программного пакета COMSOL. На Рис. 25 представлены результаты моделирования потока для динамической фильтрации при расходе обмыва торца 10 мл/мин. Подобное моделирование было так же проведено для статических режимов на разных скоростях.

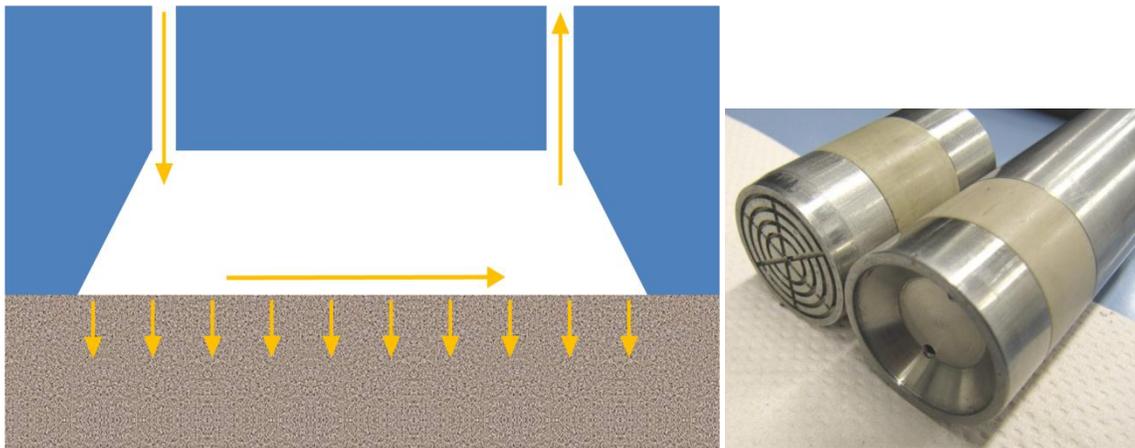


**Рис. 21. Схема кернадержателя.**



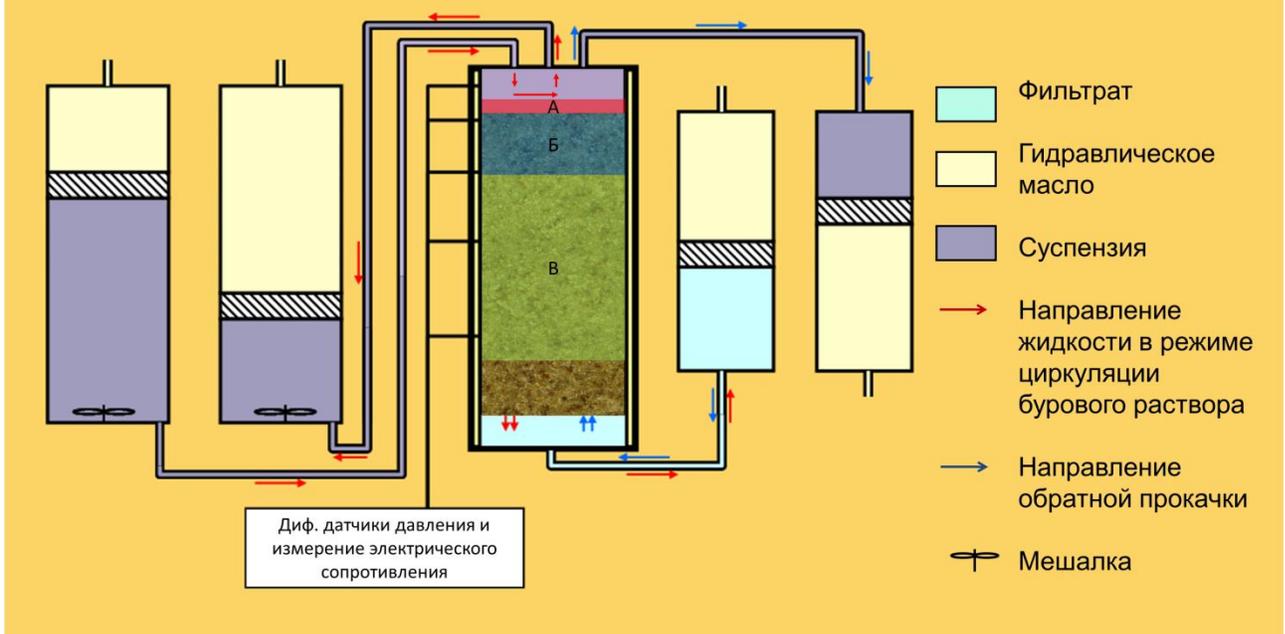
**Рис. 22. Механизм для передачи вращения на лопасти мешалки внутри разделительной ёмкости.**

В сосудах 1 и 2 с объемом 3 литра, предназначенных для исследуемых жидкостей, установлены мешалки, поддерживающие компоненты суспензии во взвешенном состоянии (См. чертеж Рис. 22). Передача вращения на лопасти мешалки с электродвигателей внутри емкостей высокого давления осуществляется с помощью магнитов. Размер лопастей мешалки 7x8мм. Скорость вращения подобрана так, чтобы обеспечить перемешивание жидкости по всей высоте сосуда.

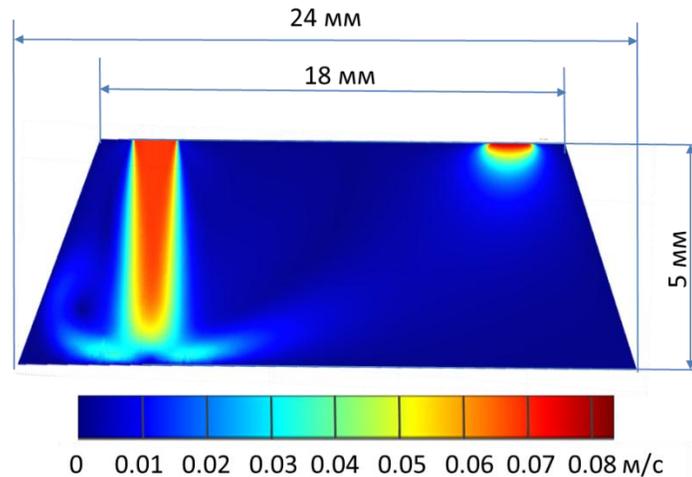


**Рис. 23. Устройство входного плунжера, обеспечивающего циркуляцию суспензии вдоль торца исследуемого образца. Синим цветом отмечен входной плунжер, коричневым цветом – образец, оранжевые стрелки указывают направление движения жидкости при такой фильтрации.**

#### Схема эксперимента



**Рис. 24. Принципиальная схема экспериментов по прямой и обратной прокачке жидкостей при прокачке через образцы кернов. Буквами обозначены различные механизмы повреждения горной породы: А – внешняя корка, Б – внутренняя корка, В – проникновение фильтрата.**



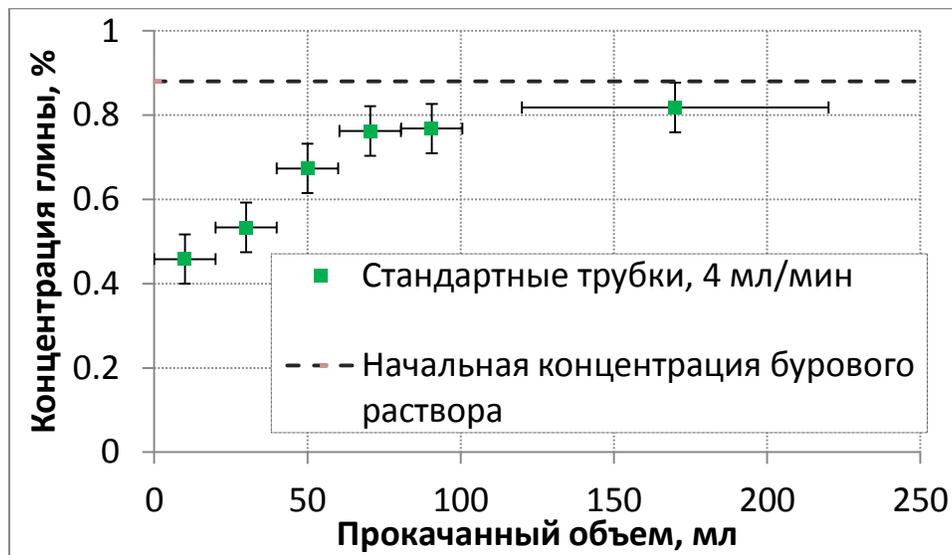
**Рис. 25. Карта модуля скорости в сечении приторцевой зоны плунжера. Сечение проведено через входное и выходное отверстия плунжера. Динамическая фильтрация, расход 10 мл/мин.**

### 2.3 Толщина подводящих трубок

Во время проведения экспериментов в изначальной комплектации установки использовались подводящие трубки толщиной 0.25", длина которых составляла 120 см с вертикальным участком в 80 см.

При работе с быстрооседающими суспензиями, например, с раствором бентонитовой глины, на низких расходах в трубках может происходить оседание взвешенных компонент, что в свою очередь, вызывает снижение их концентрации на входе в керн. Соответственно, при проведении фильтрационных экспериментов принципиально искажается динамика снижения проницаемости. Для оценки влияния такого эффекта были проведены измерения концентрации бентонитовой глины на входе в кернодержатель при закачке раствора 10 г/л при расходе 4 мл/мин. Измерения проводились отбором проб по 20 мл. Позднее раствор взвешивался, высушивался и снова взвешивался. Отношение массы сухой компоненты к массе раствора дает искомую концентрацию.

Как видно из Рис. 26 концентрация бентонита в растворе на входе в кернодержатель ниже исходной и не вышла на исходный уровень даже после прокачки 150 мл.

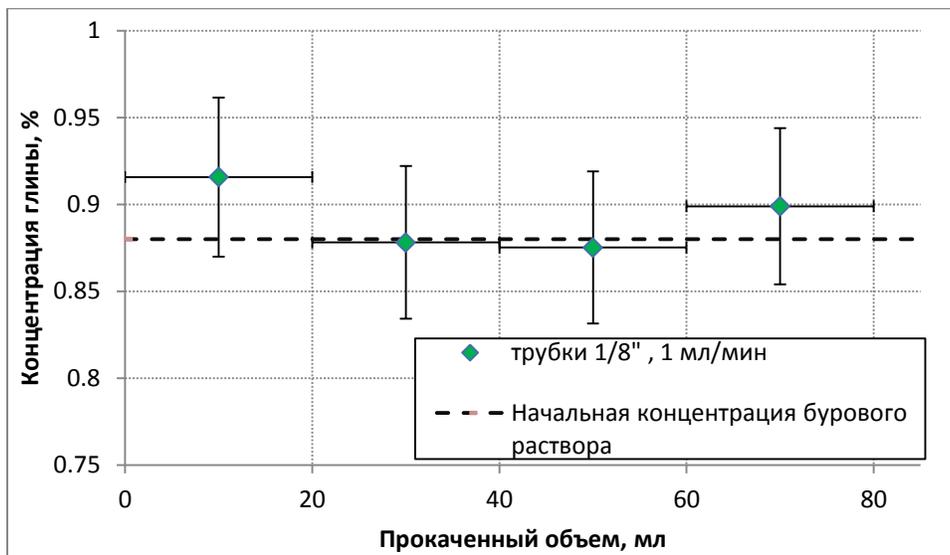


**Рис. 26. Зависимость концентрации бентонита в растворе на входе в кернодержатель в зависимости от прокачанного объема. Толщина трубки  $\frac{1}{4}$ ", сравнение с исходным раствором.**

Ключевыми факторами, влияющего на скорость оседания, является скорость движения жидкости по трубкам и объем жидкости в трубках. Таким образом, с одной стороны, раствор должен свободно течь по трубе, а с другой — линейная скорость течения должна быть достаточной для поддержания суспензии во взвешенном состоянии.

Для устранения эффекта оседания, внешний диаметр подводящих трубок сузился с  $\frac{1}{4}$ " на  $\frac{1}{8}$ ", при этом толщина стенок была увеличена с 0.028" до 0.035", что еще сильнее сократило сечение трубок. Как видно на Рис. 27, при такой толщине трубок измеренная концентрация находится в области 5% процентной ошибки от исходного значения и сохраняется постоянной при дальнейшей прокачке.

Использование трубок с маленьким сечением нежелательно при работе с сильновязкими растворами, так как при этом будет создаваться лишнее гидравлическое сопротивление, а при работе с крупнодисперсной фракцией взвешенных частиц, так как может происходить забивание трубок.



**Рис. 27. Зависимость концентрации бентонита в растворе на входе в кернодержатель в зависимости от прокаченного объема. Толщина трубки 1/8", сравнение с исходным раствором.**

Таким образом, при работе с быстрооседающими суспензиями, необходимо проводить тесты по измерению концентрации на входе в кернодержатель и, при необходимости, использовать трубки с сечением, гарантирующим необходимую линейную скорость

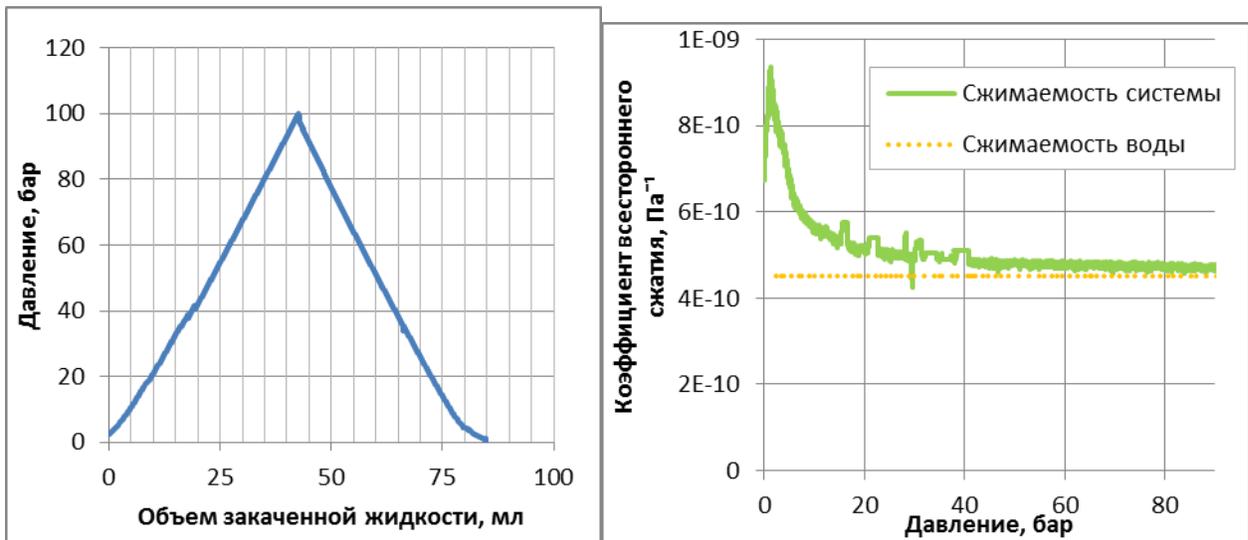
## 2.4 Сжимаемость системы

Во время проведения экспериментов одним из ключевых моментов является время реакции датчиков на изменения давления в системе. К запаздыванию может приводить, например, сильная сжимаемость системы, которая, в свою очередь, может быть вызвана растворенным в гидравлической жидкости воздухом или сгустком воздуха, образовавшимся из-за неправильной сборки. Вакуумация гидравлической жидкости в используемой системе не возможна, так как сосуд низкого давления поддавливается воздухом с давлением в 5 атмосфер, т.е. жидкость в системе сильно насыщена воздухом, что сильно сказывается на ее сжимаемости. Влияние сжимаемости важно еще и потому, что рабочий объем системы может достигать 10 л, в то время как рабочие расходы в эксперименте составляют 1-10

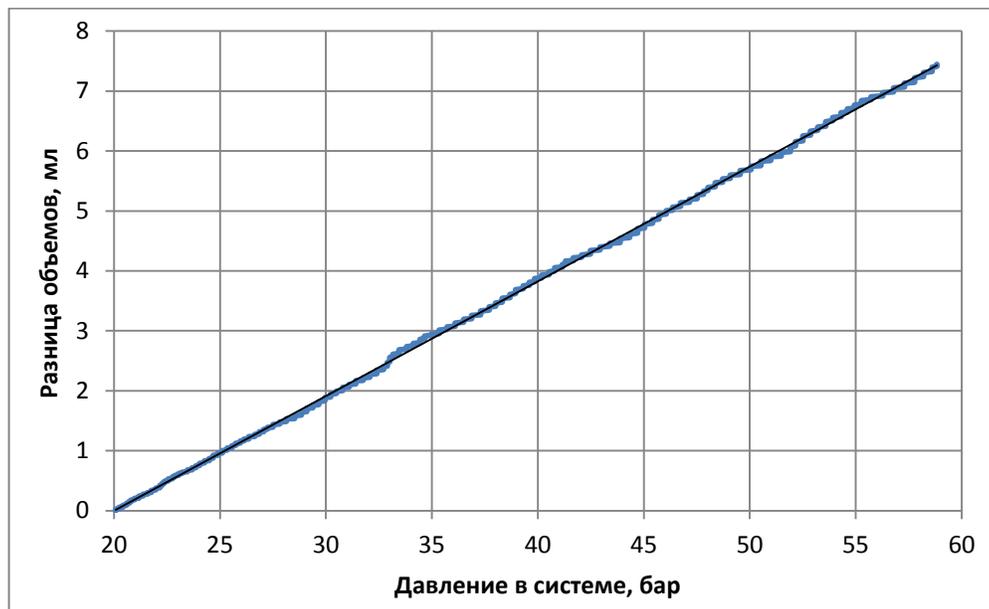
мл/мин. Серьезное повышение давления в системе может привести к потерям в расходе.

Для оценки влияния сжимаемости на экспериментальные данные проводились серии различных тестов установки. Во-первых, проводилась опрессовка системы. Во время таких тестов закрывались клапаны на выходе из кернодержателя, и в систему закачивалась гидравлическая жидкость с постоянным расходом. Тесты проводились на разных скоростях фильтрации. На Рис. 28 слева представлена зависимость давления от объема закачанной жидкости. После достижения давления в 100 бар, жидкость откачивали из системы. Справа, результат зависимости сжимаемости системы от объема прокачанной жидкости, построенный по результатам теста. Из графика справа видно, что после 20 бар, коэффициент сжимаемости системы перестает значительно меняться. Таким образом, особенности сжимаемости системы обусловили выбор порового давления 20 бар в фильтрационных экспериментах.

На Рис. 29 представлена проверка стабильности сжимаемости во время реального фильтрационного эксперимента. Для поддержания расхода через образец работают два насоса: один насос подает фильтруемую суспензию, а второй, на выходе из образца, принимает фильтрат. На графике предложена разница в кумулятивных объемах закаченной в образец суспензии и принятого фильтрата. Эта разница и пошла на сжимаемость системы и поднятия давления. Угол наклона на графике соответствует сжимаемости жидкости системы равной  $4.72 \cdot 10^{-10} \text{ Па}^{-1}$ . Полученная таким образом эффективная сжимаемость системы согласуется со сжимаемостью смеси вода-масло, насыщенной воздухом.



**Рис. 28. Проверка сжимаемости.**



**Рис. 29. Кривая роста давления системы в зависимости от разницы давлений между показаниями входного и выходного насосов.**

## 2.5 Исследуемые пористые среды и суспензии

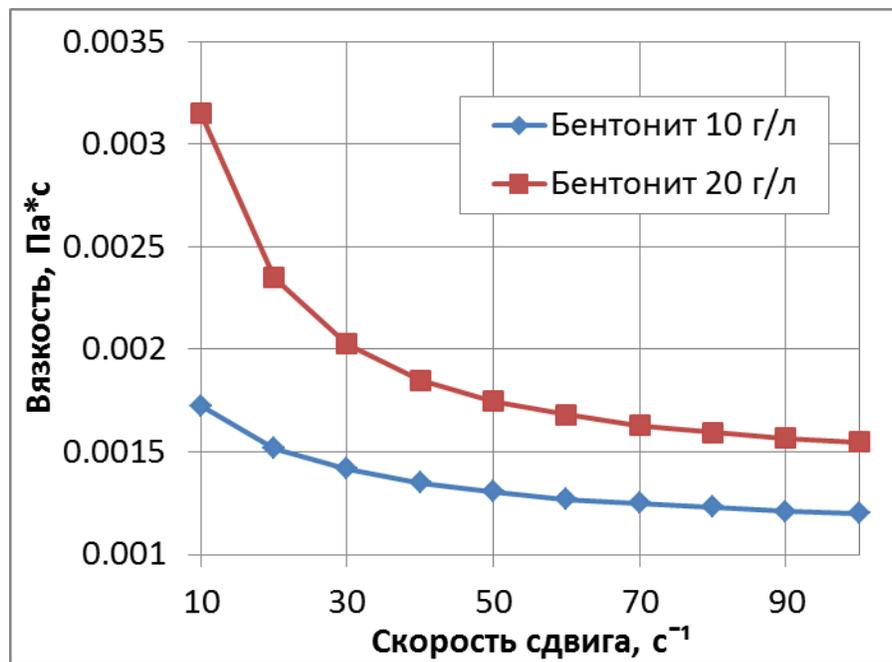
Фильтрационные эксперименты проводились на наборе различных образцов горных пород, характеризующихся различными фильтрационно-ёмкостными свойствами. В работе использовались образцы песчаников и известняков, параметры которых представлены в Таб. 2. Средний размер пор определялся с помощью анализа рентгеновской компьютерной микротомографии по методу, описанному в работе [92]. Пористость и проницаемость по гелию определялись для каждого

образца отдельно перед проведением экспериментов с помощью порозиметра Coretest AP-608. После измерения на порозиметре образцы вакуумировались и насыщались рассолом 18 г/л NaCl. Проницаемость по рассолу измерялась непосредственно перед фильтрацией суспензии на фильтрационной установке. Выбор рассола 18 г/л в качестве насыщающей жидкости и для измерения проницаемости обусловлен возможной миграцией собственной глины в образце, которая возможна при фильтрации воды с низкой минерализацией [84].

**Таб. 2. Использованные в экспериментах образцы горных пород и их параметры**

Название образца	Обозначение	Пористость, %	Проницаемость (Гелий), мД	Проницаемость (Рассол), мД	Средний размер пор, мкм
Bandera Grey	BG	20-21	15-45	2-30	18
Grey Berea	GB	19-21	175-300	50-150	27
Buff Berea	BB	20-22	500-700	300-600	-
Castlegate	CG	24-26	600-1500	400-1100	30
Bentheimer	BT	23-24	2000-4000	1500-3500	57
Indiana Limestone	IL	15-17	50-165	20-100	68

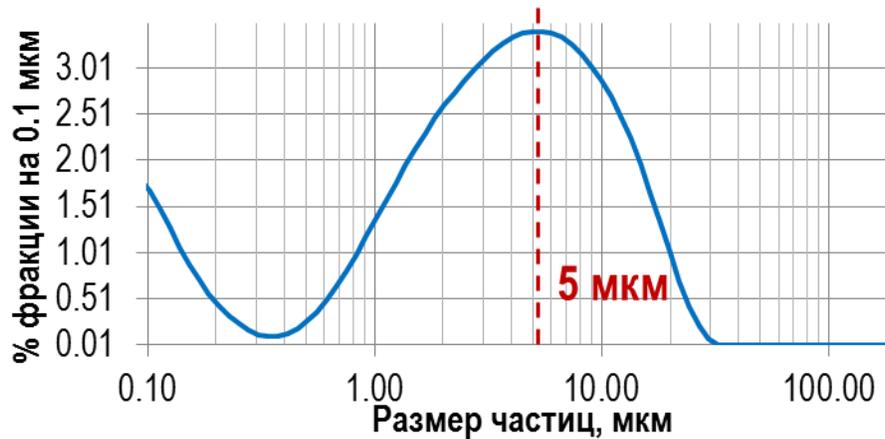
Для экспериментов использовались суспензии бентонитовой глины разной концентрации и суспензии частиц карбида кремния (SiC) в полимере Xanthan и воде. Основой для суспензий служил раствор NaCl 18г/л в воде. Реологические свойства бентонитовых и полимерных растворов измерялись с помощью реометра Anton-Paar Physica MCR 501. На Рис. 30 представлены результаты измерения реологических свойств суспензии бентонитовой глины 10 г/л.



**Рис. 30.** Реологические свойства суспензии бентонитовой глины с концентрацией 10 г/л 20 г/л в рассоле NaCl 18 г/л.

Распределение используемых частиц карбида кремния по размеру проверялось с помощью прибора Fritsch ANALYSETTE 22 MicroTec plus и представлено на Рис. 31. Среднее значение размера частиц составляет 5 мкм.

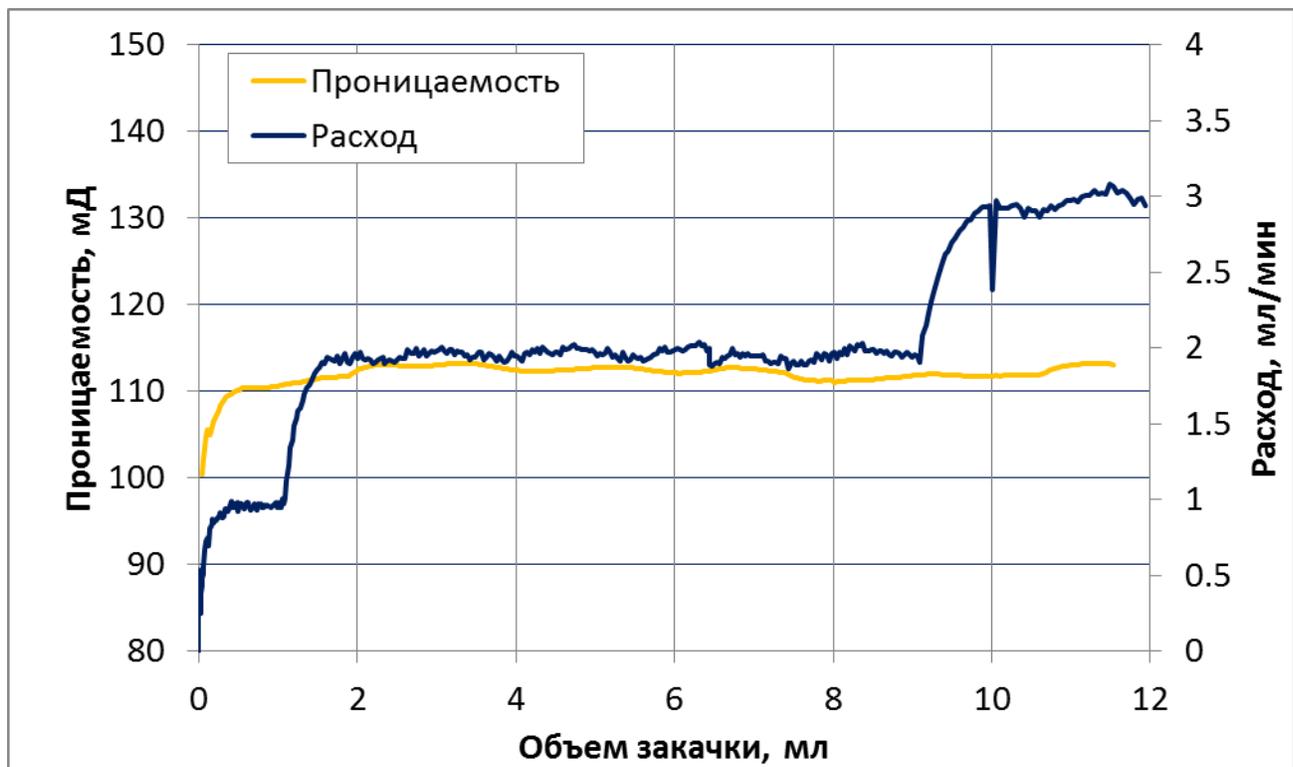
Согласно общепринятому критерию Абрамса [54], если средний размер частицы больше или равен  $1/3$  среднего размера пор, они активно образуют сводовые перемычки в поровом пространстве (“сводовая кольматация”) и не могут проникнуть глубже нескольких размеров пор. Если соотношение размера пор к размеру частиц больше 7-10, то такие частицы могут проникать на глубину нескольких десятков сантиметров и слабо влияют на проницаемость пористой среды. С учетом представленных данных по распределению размеров пор образцов и частиц суспензии, в текущем исследовании доминирующим механизмом является именно “сводовая кольматация”.



**Рис. 31. Распределение частиц по размерам для частиц карбида кремния.**

## **2.6 Методика проведения фильтрационных экспериментов**

В настоящей работе для анализа динамики формирования внутренней и внешней фильтрационной корки использовались результаты экспериментов по статической фильтрации. С учетом представленных выше особенностей были определены параметры для проведения таких фильтрационных экспериментов. Горное давление в проводимых экспериментах составляло 200 бар, начальное поровое 20 бар. Перед началом фильтрации суспензии проводилось измерение проницаемости по рассолу на различных расходах. На Рис. 32 представлен пример подобного измерения для образца песчаника Grey Berea. Возможная нестабильность проницаемости при проведении подобных тестов может свидетельствовать о неправильной сборке установки, недостаточной концентрации NaCl в рассоле, неправильном скоростном режиме или еще каких-либо проблемах, которые можно предупредить до начала основной части эксперимента.



**Рис. 32. Измерение проницаемости при различных расходах**

Фильтрация суспензии осуществлялась с постоянным расходом до достижения перепада давления на образце в 45 бар. Расход для фильтрации выбирался исходя из проницаемости исследуемой горной породы и вязкости фильтруемой суспензии, и варьировался от 1 до 5 мл/мин.

После окончания фильтрации суспензии для части экспериментов проводилось исследование восстановления проницаемости. Для этого, рассол закачивался с противоположного торца образца.

На Рис. 33 представлены результаты типичного фильтрационного эксперимента по фильтрации раствора бентонитовой глины через образец песчаника Grey Vega при расходе 1 мл/мин. В начале обратной прокачки наблюдается скачкообразное изменение перепада давления из-за разрушения внешней фильтрационной корки и последующая динамика восстановления проницаемости.

Важной частью проверки экспериментальной методики является повторяемость проведенных экспериментов. При проведении серии экспериментов обязательно проводятся несколько дублирующих экспериментов. На Рис. 34

приведена проверка повторяемости динамики гидравлического сопротивления от объема закачки для эксперимента по фильтрации суспензии бентонитовой глины 10 г/л через образец песчаника Grey Berea.

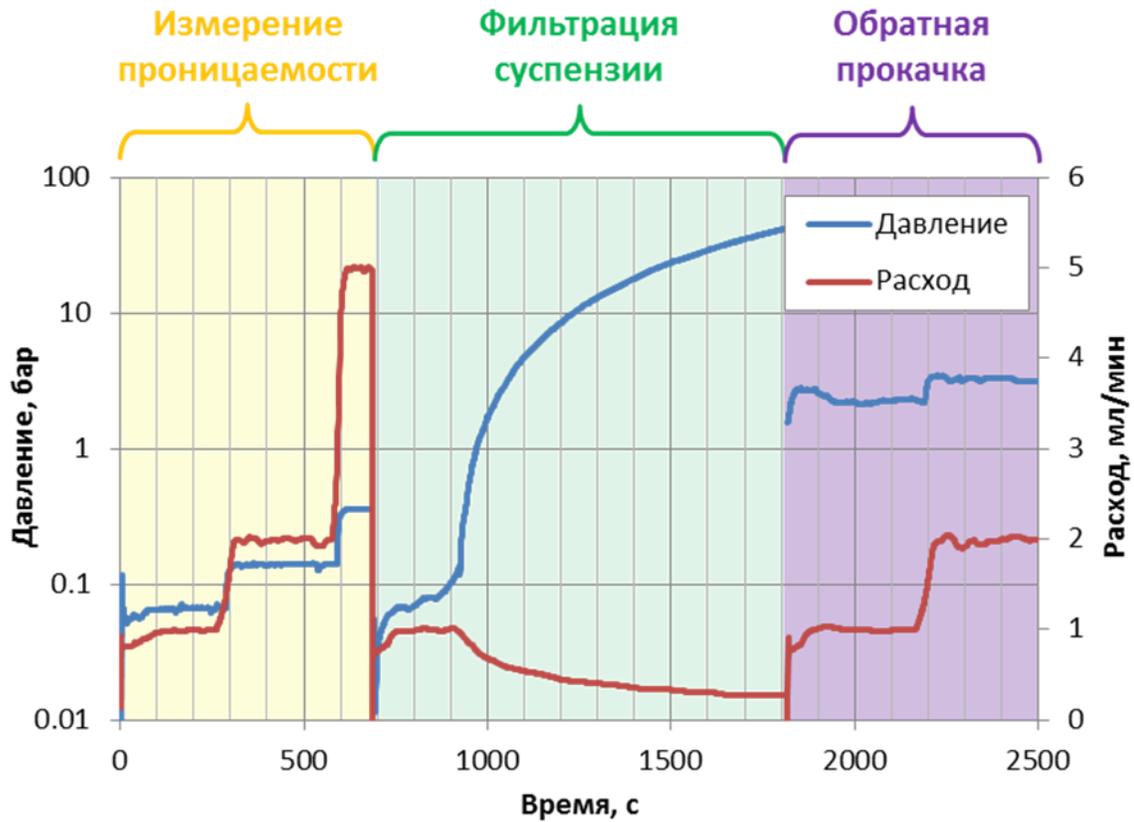


Рис. 33. Динамика перепада давления и расхода в ходе фильтрационного эксперимента.

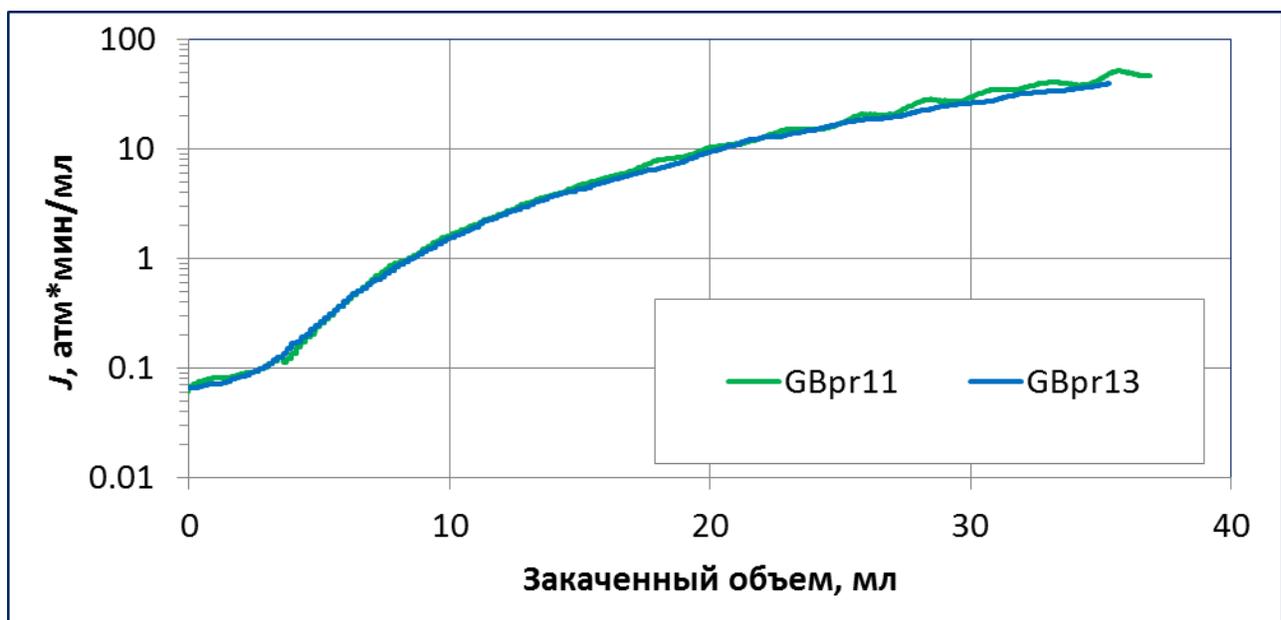


Рис. 34. Проверка повторяемости эксперимента для фильтрации суспензии

**бentonитовой глины через образцы песчаника Grey Berea. На графике представлено сравнение динамики гидравлического сопротивления от объема закачанной суспензии для двух схожих образцов GBpr13 и GBpr11.**

## **2.7 Заключение к главе**

В данной главе была описана установка для проведения фильтрационных экспериментов. Проанализированы особенности при работе на данной установке. Для подбора скоростных режимов был смоделирован процесс течения жидкости в различных режимах у входного торца исследуемого образца в симуляторе COMSOL. Была обнаружена и решена проблема оседания частиц в экспериментах по фильтрации бентонитовой глины. Исследована сжимаемость системы и, на основе проведенных тестов, было выбрано оптимальное значение порового давления, при котором динамика сжимаемости системы стабильная. Выработана методика подготовки эксперимента. Корректность полученных экспериментальных данных подтверждается проверкой их повторяемости.

## **Глава 3. Метод получения профилей объемной доли захваченных частиц с помощью анализа рентгеновской компьютерной микротомографии**

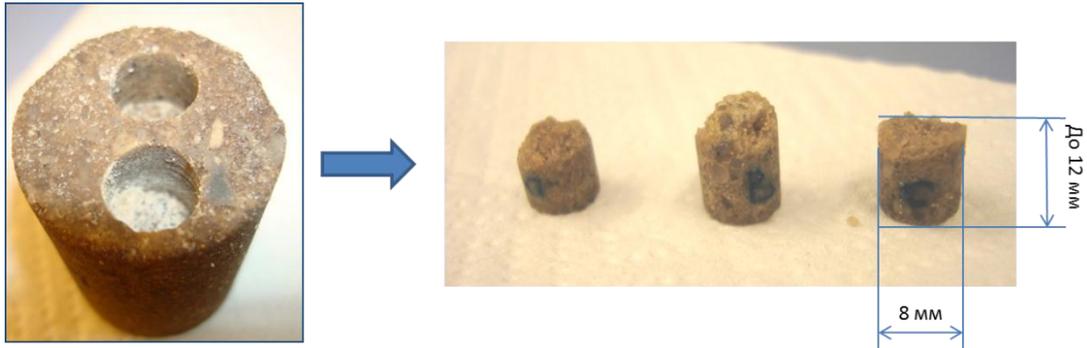
### **3.1 Применение рентгеновской компьютерной томографии для анализа пористой среды с захваченными частицами**

Рентгеновская компьютерная микротомография в последние годы стала мощным и удобным инструментом для большого количества различных технологических приложений. Данный инструмент находит всё больше применения для анализа микроструктуры материалов при петрофизических исследованиях. В литературном обзоре были представлены работы, в которых использовали рентгеновскую томографию, компьютерную томографию и микротомографию для определения глубины проникновения частиц в образцы горных пород при фильтрации через них суспензий, однако используемое разрешение в указанных работах позволяло определять концентрацию лишь высококонтрастных материалов (гематиты, бариты).

В рамках настоящей работы использовалась рентгеновская компьютерная микротомография высокого разрешения (2-3 мкм). Данное разрешение позволяет оценить объемную долю менее контрастных частиц (кальциты, карбид кремния), а также анализировать распределение частиц в поровом пространстве.

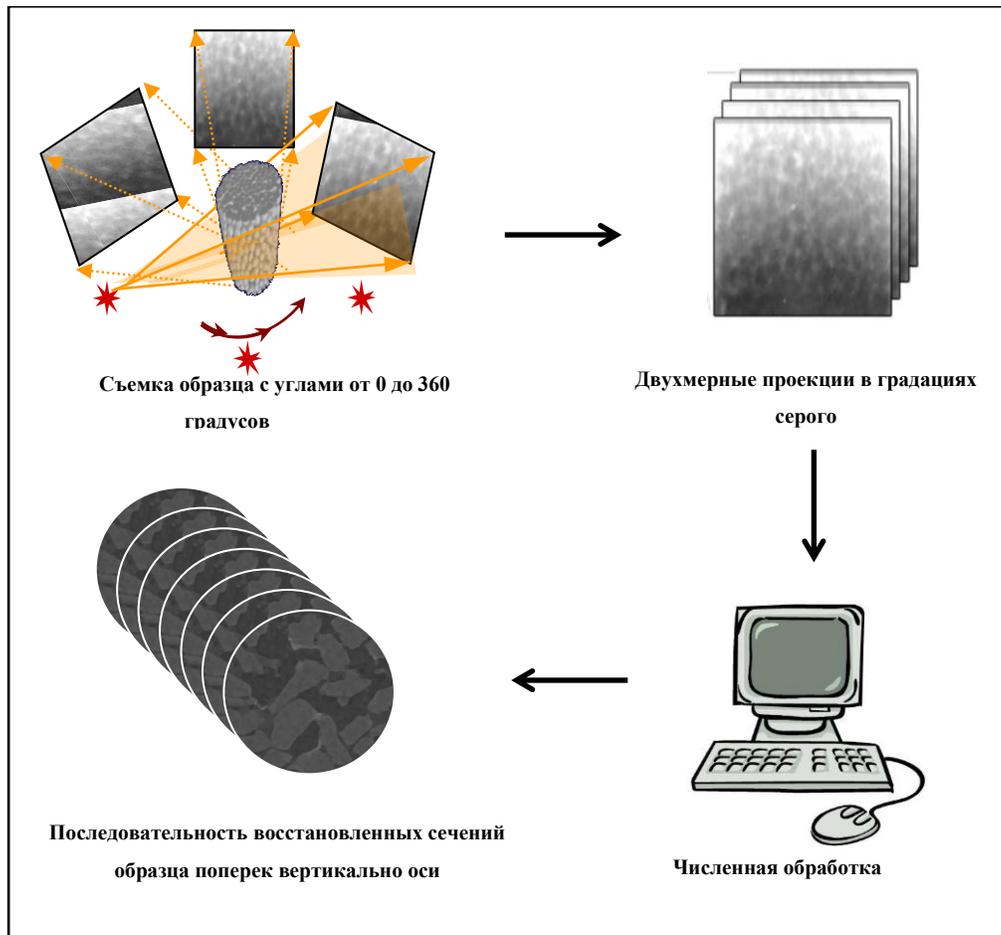
Для достижения подобного разрешения требовался размер зерна размером 8 мм в диаметре и 10-12 мм в длину. В фильтрационных экспериментах использовались образцы диаметром 3 см и длиной от 6 до 10 см. Для получения необходимого разрешения из образцов горных пород после фильтрации приходилось

извлекать миникерны необходимого размера, пример подобного извлечения представлен на Рис. 35.



**Рис. 35. Извлечение миникернов из образцов горных пород после фильтрации для получения необходимого разрешения рентгеновской компьютерной микротомографии.**

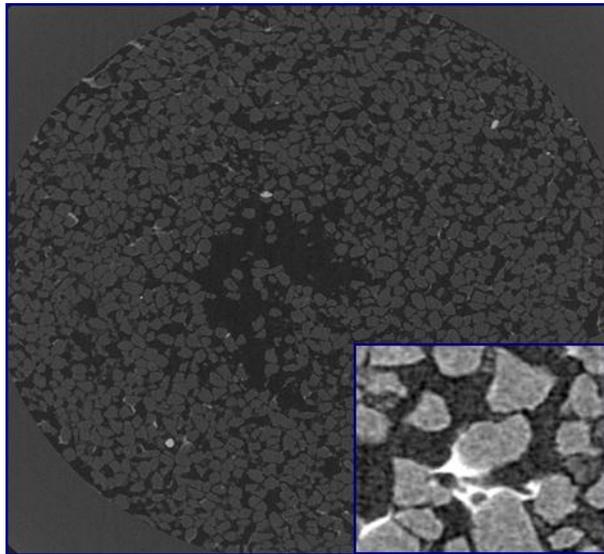
Рентгеновская компьютерная микротомография образцов проводилась с помощью прибора SkyScan 1172. В результате создается трехмерное изображение образца представлено в виде последовательных двумерных изображений поперек оси образца – сечений (Рис. 36). Расстояние между сечениями равно размеру пикселя. В данной работе размер пикселя составлял 2-3 мкм. Каждое сечение характеризуется 16-битами градаций серого (вариации яркости от «черного», соответствующего значению 0, до «белого», соответствующего значению 65 536), которые соответствуют коэффициентам поглощения рентгеновского луча в области расположения вокселя – элемент объёмного изображения, содержащий значение элемента раstra в трёхмерном пространстве, являющийся аналогом пикселя в двумерном пространстве.



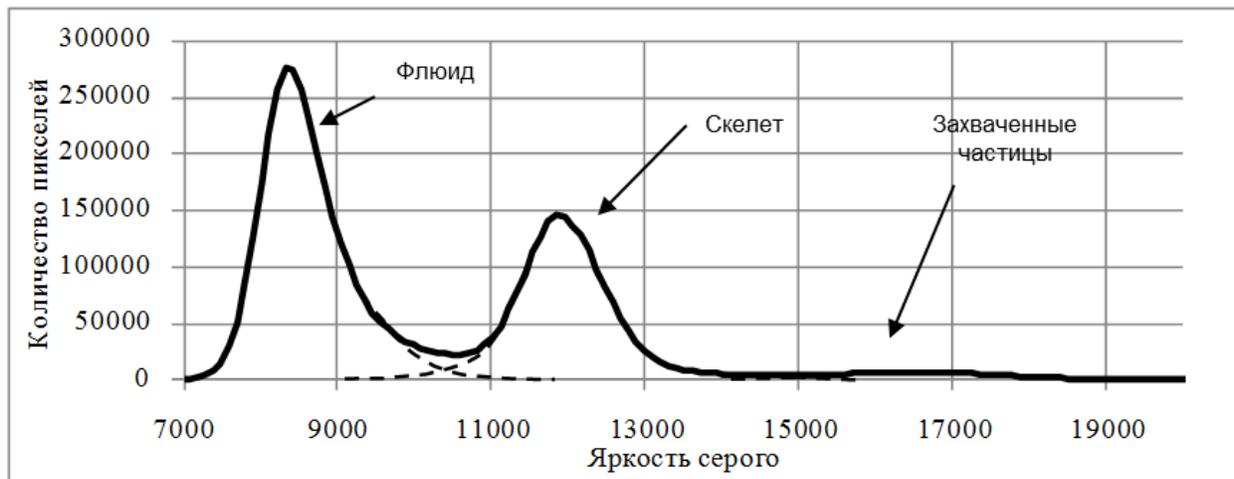
**Рис. 36. Схема работы рентгеновской компьютерной томографии.**

Рентгеновская компьютерная микротомография проводилась на трех типах образцов: модельные образцы последовательно расположены сплошных материалов; искусственные образцы горных пород, изготовленные из песка и силикатного клея; естественные образцы горных пород, используемые для исследования фильтрации суспензии.

На Рис. 37 приведен пример сечения рентгеновской компьютерной микротомографии искусственного образца. Визуально здесь различимы три фазы: темный цвет соответствует флюиду, более светлый – скелету, а области с наиболее светлые области соответствуют захваченным компонентам. Рис. 38 иллюстрирует расположение пиков соответствующих фаз на гистограмме.



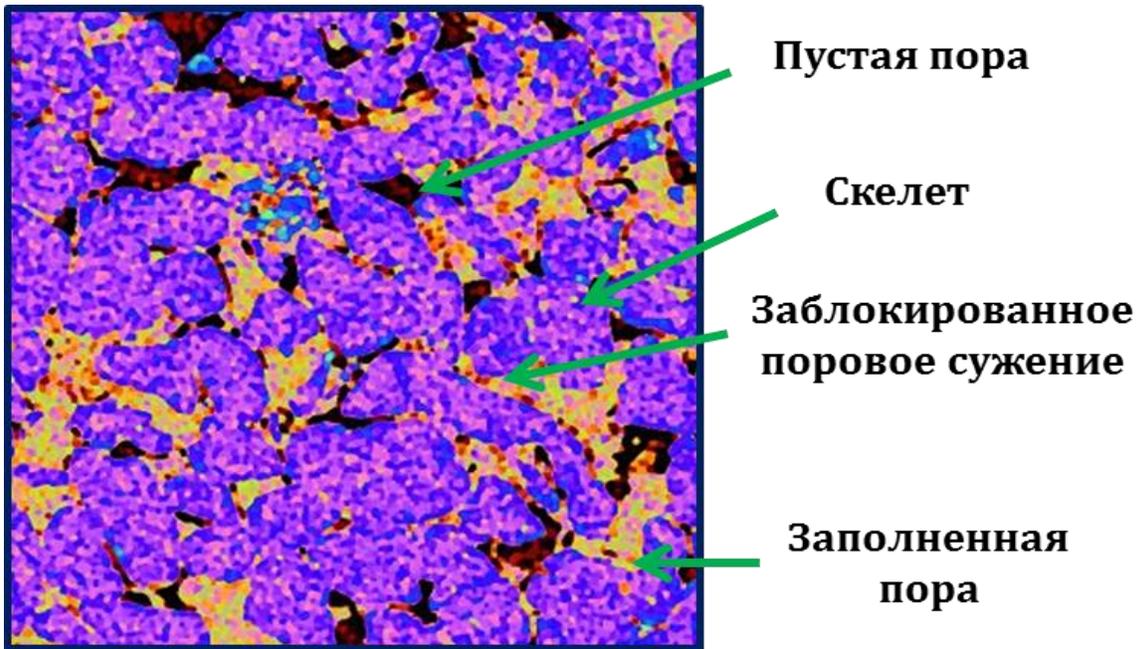
**Рис. 37. Пример сечения искусственного образца на рентгеновской компьютерной томографии.**



**Рис. 38. Гистограмма сечения образца искусственного образца на компьютерной томографии.**

Использование рентгеновской компьютерной микротомографии с высоким разрешением позволяет не только строить профили концентрации высококонтрастных компонент вдоль образца, как это делал в своей работе Al-Abduwani, но и оценить морфологию захвата, оценить структуру изучаемой пористой среды и работать с менее контрастными частицами суспензии (используемый в упомянутых работах гематит является очень контрастным для томографии из-за наличия в нем частиц железа). На Рис. 39 представлено сечение микротомографии образца после фильтрации суспензии частиц карбида

кремни, где видно, как расположены захваченные частицы в пористой среде. Как уже упоминалось во второй главе, результаты рентгеновской компьютерной томографии могут быть использованы для получения распределения пор по размерам с помощью специального алгоритма [92].



**Рис. 39. Рентгеновская компьютерная микротомография песчаника Bentheimer после фильтрации через него суспензии частиц карбида кремния. Цветовая гамма подобрана для лучшей визуализации.**

Каждый материал на сечении представлен распределением яркости с неким диапазоном значений. Основной сложностью при работе с данными рентгеновской компьютерной томографии является то, что диапазон значений яркости различных материалов может перекрываться. При отделении материала от остальной части сечения с помощью процедуры установки порога (thresholding) пиксели области перекрытия диапазонов яркости могут быть неправильно интерпретированы. Например, на Рис. 38 зона перекрытия между флюидом и скелетом находится в диапазоне яркости от 9500 до 11500. Для корректного анализа изображения используют различные способы анализа, такие как специальные фильтры, позволяющие сузить диапазон яркости отдельных материалов до установки порога, и морфологические процедуры, устраняющие ошибки после установки порога. Тем не менее, использование фильтров и морфологических процедур почти всегда

вносит искажение в обрабатываемые данные, а для правильной установки порога зачастую требуется использование каких-то морфологических параметров образца (пористость, минеральный состав).

### 3.2 Метод анализа формы гистограммы

В рамках настоящей работы одной из целей было определение объемной доли, занимаемой захваченными частицами. Был предложен метод, основанный на анализе формы гистограммы позволяющий обойтись без процедуры установки порога при анализе томографии для определения объемной доли материалов расположенных на сечении томографии, а значит, и избежать неоднозначности, связанной с перекрытием диапазонов яркости материалов.

Суть предложенного метода заключается в анализе формы гистограммы отдельного сечения из полученного трехмерного образа образца с последующим применением такого анализа ко всем сечениям рентгеновской компьютерной микротомографии восстанавливая, тем самым, профили объемных долей представленных на сечении материалов.

Если нормализовать гистограмму на общее количество составляющих ее пикселей, то полученная функция градаций серого будет являться функцией плотности вероятности яркости на изображении. Согласно [87], такая функция плотности вероятности может быть представлена как суперпозиция функций плотности вероятности от отдельных подобластей сечения (1), (Рис. 40):

$$p(z) = \sum_{i=1}^n p_i(z) \quad (22)$$

здесь  $z$  – значение яркости серого,  $p(z)$  – аппроксимация функции плотности вероятности от всего сечения изображения,  $p_i(z)$  – функция плотности вероятности для  $i$ -той подобласти,  $n$  – общее число подобластей, на которое разбивается изображение.

При этом площадь под функцией плотности вероятности  $i$ -ой области соответствуют относительной площади, занимаемой  $i$ -ой подобластью.



**Рис. 40. Иллюстрация представления функции плотности вероятности в виде суперпозиции из двух функций плотности вероятности.**

Суперпозиция (1), при известных функциях плотности вероятности для каждой подобласти, дает возможность рассчитать относительные площади каждой подобласти на сечении, решая обратную задачу (2).

$$\left| H(z) - \sum_{i=1}^n p_i(z) \right| \rightarrow 0 \quad (23)$$

где  $H(z)$  – функция плотности вероятности для сечения рентгеновской компьютерной томографии.

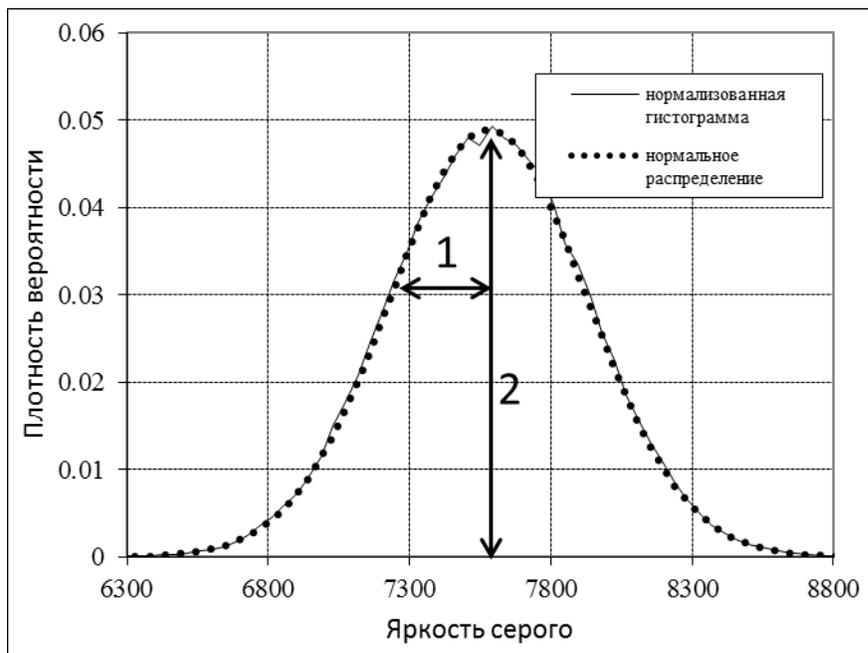
Иными словами, имея гистограмму всего сечения изображения и известные функции плотностям вероятности отдельных подобластей, возможно, получить рассчитать относительные площади таких подобластей.

Функции плотности вероятности, соответствующие отдельным материалам, могут быть представлены в виде гауссианов (24), что подтверждено на наборе калибровочных исследований (Рис. 41).

$$p_i(z) = A_i e^{-\frac{(z-\mu_i)^2}{2\sigma_i^2}} \quad (24)$$

Тогда для характеристики функции плотности вероятности отдельного материала на сечении требуется три параметра: интенсивность ( $A_i$ ), полуширина ( $\sigma_i$ ) и среднее значения ( $\mu_i$ ).

Таким образом, если разбить рентгеновское сечение на зоны, содержащие конкретные материалы, то, соответственно, гистограмма всего изображения может быть представлена в виде суммы гауссианов. А значит, с учетом (2), можно рассчитать относительные площади таких подобластей содержащих какой-то конкретный материал для отдельного сечения.



**Рис. 41. Пример аппроксимации функции плотности вероятности отдельного материала с помощью гауссиана. Цифрами показаны определяющие параметры формы: 1 – полуширина, 2 – интенсивность**

Для расчетов использовалась гистограмма изображения с  $j_{hist}=256$  градациями серого, соответственно задача (2) с учетом такого разбиения и известной формы функции плотностей вероятностей отдельных материалов принимает вид:

$$\sum_{j=1}^{j_{hist}} \left| H(z_j) - \sum_{i=1}^n p_i(z_j) \right| \rightarrow 0 \quad (25)$$

где  $z_j$  –  $j$ -ый интервал гистограммы.

Теперь по известной начальной гистограмме и форме функции плотности вероятности необходимо найти параметры функций плотности вероятности отдельных областей.

Задачу (4) можно решить, минимизируя левую часть с числом регулируемых параметров  $3n$ . А относительную площадь  $i$ -ого материала можно рассчитать как площадь под графиком соответствующей функции плотности вероятности (26).

$$S_i = \int A_i e^{-\frac{(z-\mu_i)^2}{2\sigma_i^2}} = \sigma_i A_i \sqrt{2\pi} \quad (26)$$

Для расчета профиля объемной доли различных компонент вдоль анализируемого образца описанная выше процедура последовательно применяется ко всем сечениям микротомографии, причем результаты минимизации для  $l$ -ого сечения используются как начальное приближение при минимизации для  $(l+1)$ -ого сечения. Кроме того, на результат минимизации для  $(l+1)$ -ого сечения накладывается ограничение в виде наперед заданного отклонения  $\varepsilon$  от результатов  $l$ -ого, т.е. для любого параметра минимизации  $A$  должно выполняться условие  $|1 - A_{l+1}/A_l| \leq \varepsilon$ , где  $l$  - порядковый номер сечения, на котором  $A_l$  является решением обратной задачи. В практических расчётах  $\varepsilon$  варьировалась в диапазоне от 3% до 10 %.

Такое ограничение физически оправдано, поскольку распределение материалов на двух соседних сечениях рентгеновской микротомографии должно различаться незначительно: расстояние между соседними сечениями (1-5  $\mu\text{m}$ ) значительно меньше характерных размеров неоднородностей пористой среды - пор и зерен скелета (20-100  $\mu\text{m}$ ).

### 3.3 Аппроксимация переходной зоны

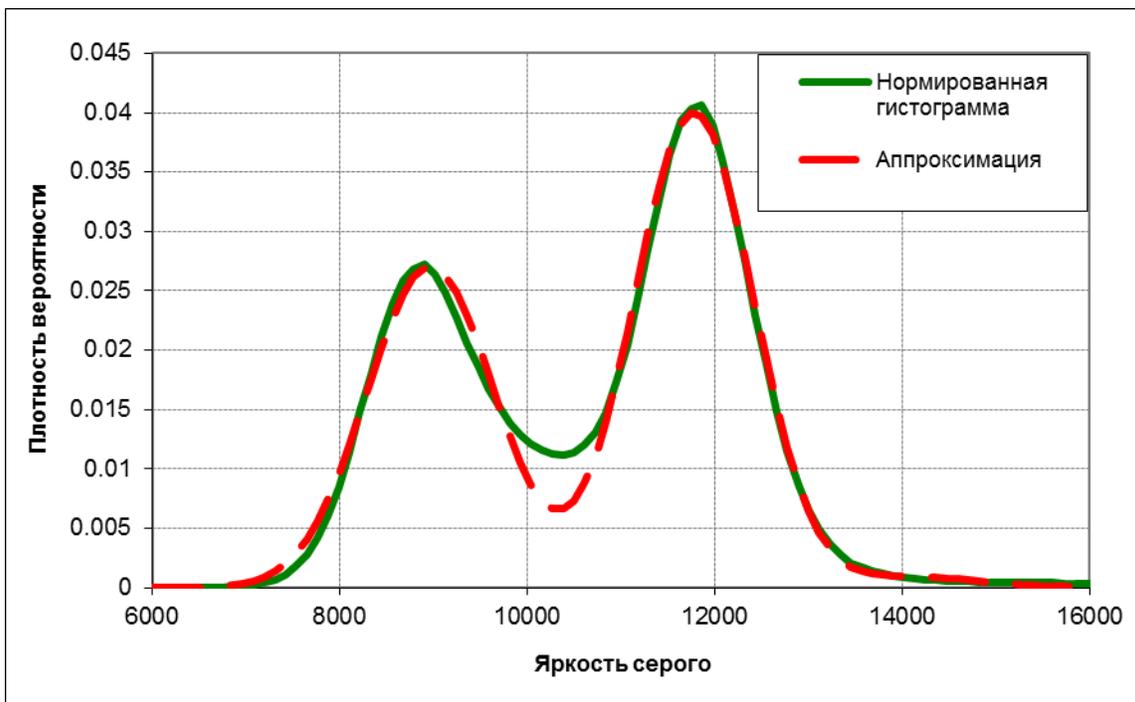
Описанный выше способ хорошо аппроксимирует гистограмму сечений рентгеновской компьютерной микротомографии в случае простых модельных образцов (например, более подробно представленный ниже, образец из трех последовательно расположенных минералов в стеклянной трубке).

При использовании метода на пористых образцах результаты были не удовлетворительные, к примеру, на Рис. 42 – в области значений от 9800 до 10500 наблюдается зона, которая не может быть аппроксимирована с использованием введённой модели функции плотности вероятности.

Такое расхождение вызвано неучтенной подобластью с собственной функцией плотности вероятности. Исходя из формы, не аппроксимированной части гистограммы, можно сделать выводы о природе неучтенной области:

- форма близка к гауссиану.
- такие области располагаются в промежуточной области между двумя пиками, представленными на гистограмме.
- проявляется на изображениях пористой среды, в модельных случаях – мала.

Первый вывод говорит о системной природе неучтенной области, а второй – о прямой связи с областями отдельных материалов, а третий – о наличии зависимости расхождения от протяженности границы между двумя материалами.



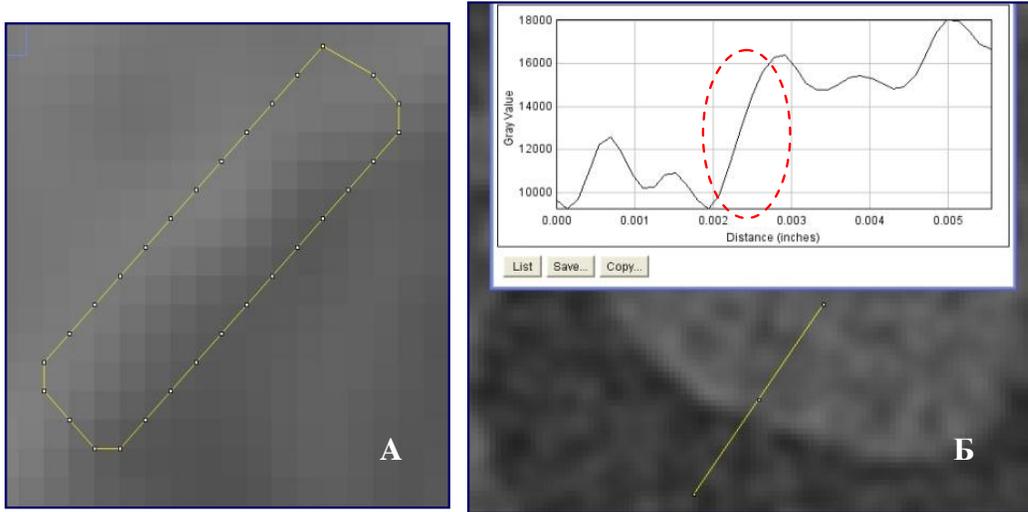
**Рис. 42. Иллюстрация плохой аппроксимации нормированной гистограммы.**

Эти выводы указывают на существование значительной переходной зоны между материалами, которая была рассмотрена в [104]. На Рис. 43А переходная зона выделена желтой линией, а на Рис. 43Б, желтым цветом отображена линия, по которой был построен профиль изменение уровня значения серости при переходе границы.

В модельном образце, результаты компьютерной микротомографии которого будут представлены далее, размер отдельных частиц минералов был соизмерим с размером всего изображения, а значит количество пикселей, принадлежащих границе, было много меньше количества пикселей принадлежащих самому минералу, поэтому эффект от границ не был столь значительным и предложенный метод расчета работал корректно.

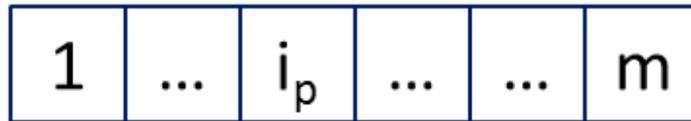
Чтобы восстановить концентрацию отдельных веществ на сечении компьютерной микротомографии образцов пористых сред необходимо ввести функцию плотности вероятности переходной зоны и количественный метод

разделения пикселей этой зоны по принадлежностям к тому или иному граничащему материалу.



**Рис. 43. Переходная зона(А) и профиль изменения серости в переходной зоне(Б).**

Рассмотрим зону перехода между двумя веществами на примере Рис. 43. Как видно из рисунка ширина переходной зоны составляет 3 пикселя, а профиль изменения яркости серого в переходной зоне имеет близкий к линейному вид.



**Рис. 44. Сечение переходной зоны с шириной  $m$ .**

Введем общую модель переходной зоны, с шириной  $m$  пикселей (см. Рис. 44). Пусть значения серости в пикселях в переходной зоне линейно интерполируются между значением серости крайних пикселей, принадлежащих к материалам 1 и 2. Тогда для  $i_p$ -пикселя можно записать (27):

$$z_{i_p} = \frac{(m + 1 - i_p)z_1 + i_p z_2}{m + 1} \quad (27)$$

Согласно (27) значение серого в таком пикселе является весовой суммой значения серого в пикселях граничащих материалов, которые, в свою очередь, являются случайными величинами с известными функциями плотности вероятности. Таким образом, значение серого в переходном пикселе является случайным числом с

функцией плотности распределения, зависящей от функций плотности распределения для граничащих материалов. Получившаяся функция плотности вероятности для отдельного пикселя будет являться гауссианом с параметрами, зависящими от свойств граничащих материалов.

Для  $i_p$ -го пикселя переходной зоны шириной  $m$  пикселей параметры гауссиана будут определяться следующим образом:

$$\mu_{i_p} = \frac{(m + 1 - i_p)\mu_1 + i\mu_2}{m + 1}$$

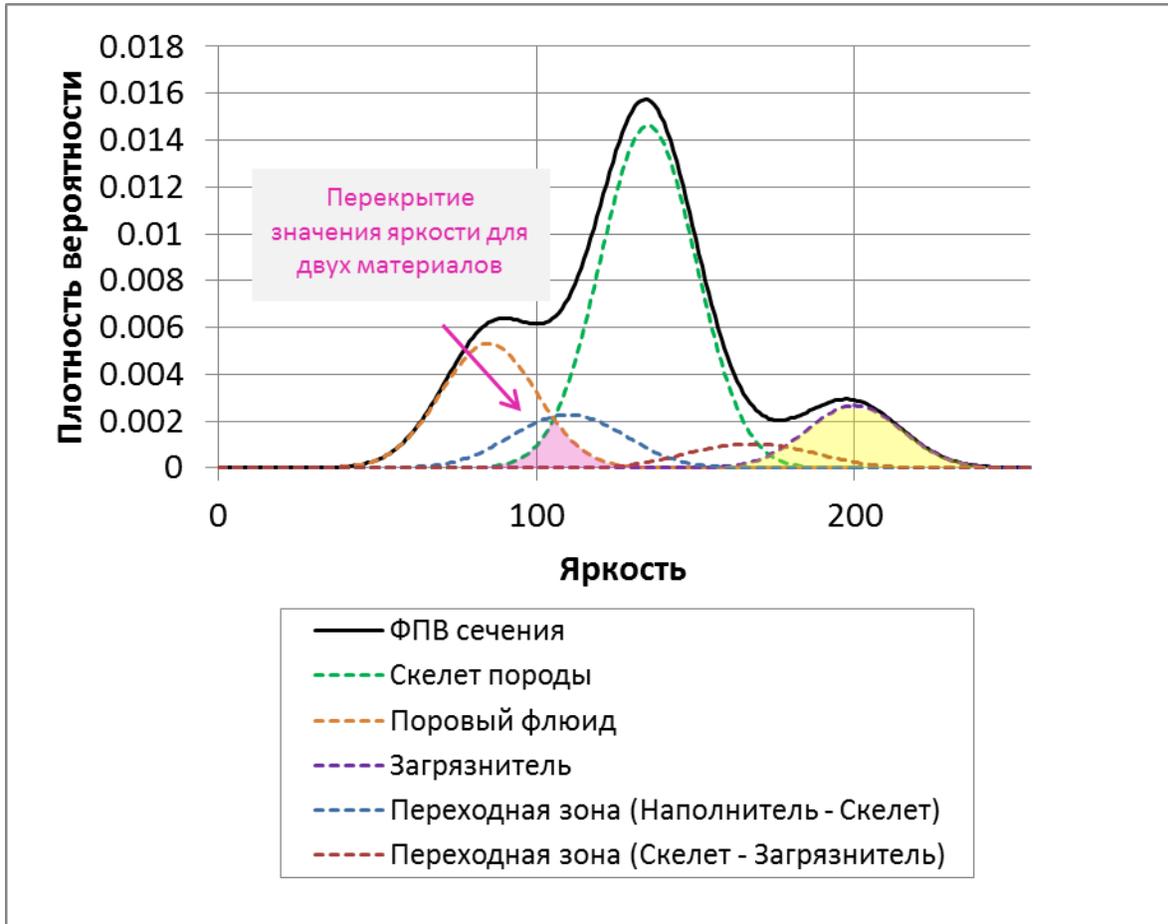
$$\sigma_{i_p}^2 = \frac{(m + 1 - i_p)\mu_1 + i\mu_2}{m + 1}$$

Функция плотности вероятности переходной зоны между материалами 1 и 2 будет иметь следующий вид.

$$p_{12}(z) = \sum_{i_p}^m p_{i_p}(z)$$

$$p_{i_p}(z) = \frac{1}{\sigma_{i_p} \sqrt{2\pi}} e^{-\left(\frac{(z - \mu_{i_p})^2}{2\sigma_{i_p}^2}\right)}$$

На Рис. 45 представлена гистограмма всего изображения и отдельные формирующие ее компоненты: гауссианы, соответствующие отдельным материалам и функция плотности вероятности переходной зоны между ними.



**Рис. 45. Пример функции плотности вероятности сечения рентгеновской компьютерной микротомографии как совокупность функций плотностей вероятности отдельных материалов и переходных зон между ними.**

Таким образом, новая минимизация будет иметь вид:

$$\sum_{j=1}^{j_{hist}} \left| H(z_j) - \sum_{i=1}^n p_i(z_j) - \sum_{i=1, k=1}^{n, i \neq k} p_{ki}(z_j) \right| \rightarrow 0 \quad (28)$$

Где  $j$  – индекс интервала гистограммы,  $H(z)$  – нормализованная гистограмма сечения;  $p_{ki}(z)$  – функция плотности вероятности переходной зоны между материалами с индексами  $k$  и  $i$ ;  $j_{hist}$  – количество градаций в гистограмме,  $n$  – количество материалов на сечении.

В статье [104] пиксели, принадлежащие переходной зоне были названы микселями. Авторы [104] также предлагают метод разделения переходной зоны между двумя материалами пропорционально содержанию «чистых» материалов. В

настоящей работе был предложен другой метод, по которому переходную зону делят пополам, считая, что задачу можно приравнять к задаче, когда граница перехода между материалами является прямой линией. Относительные площади материалов на сечении теперь будут рассчитываться таким образом:

$$S_i = S_{p_i} + \frac{1}{2} \sum_{k \neq i}^{n-1} S_{p_{ki}}$$

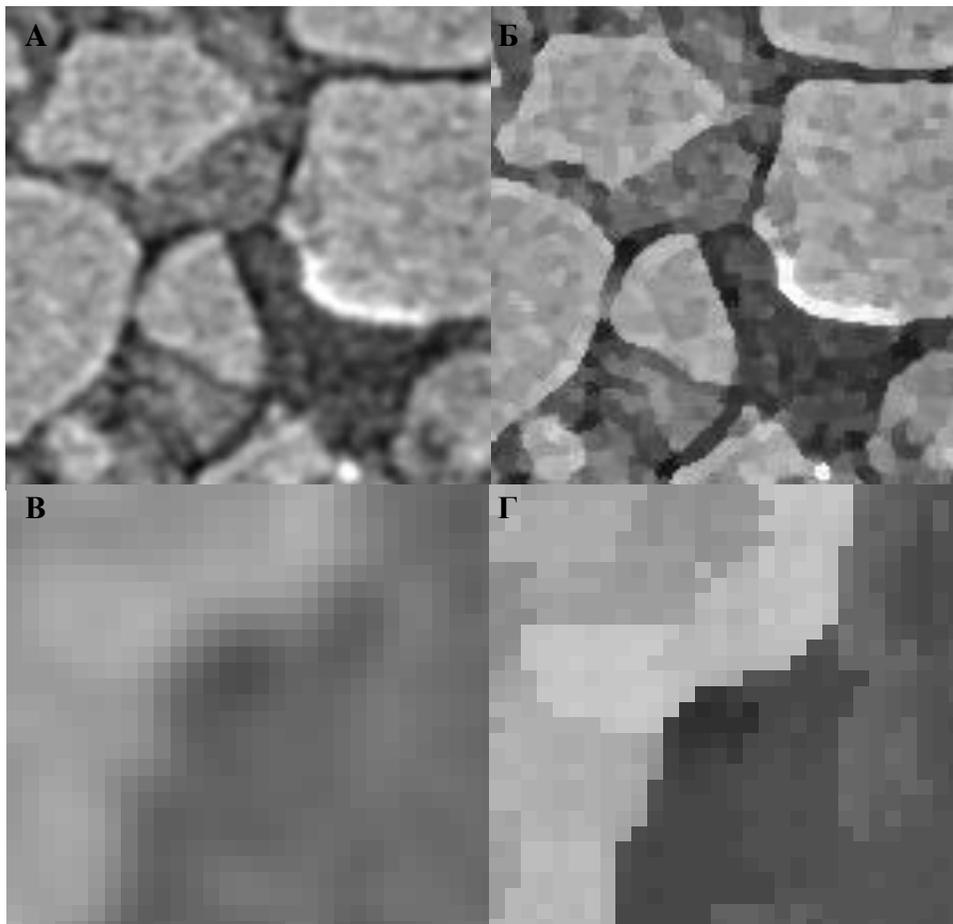
где  $S_{p_i}$  – площадь под функцией плотности вероятности, соответствующего материалу с индексом  $i$ ,  $S_{p_{ki}}$  – площадь под функцией плотности вероятности переходной зоны между  $k$ -ми и  $i$ -ми материалами;

### 3.4 Использование фильтра Кувахары (Kuwahara filter)

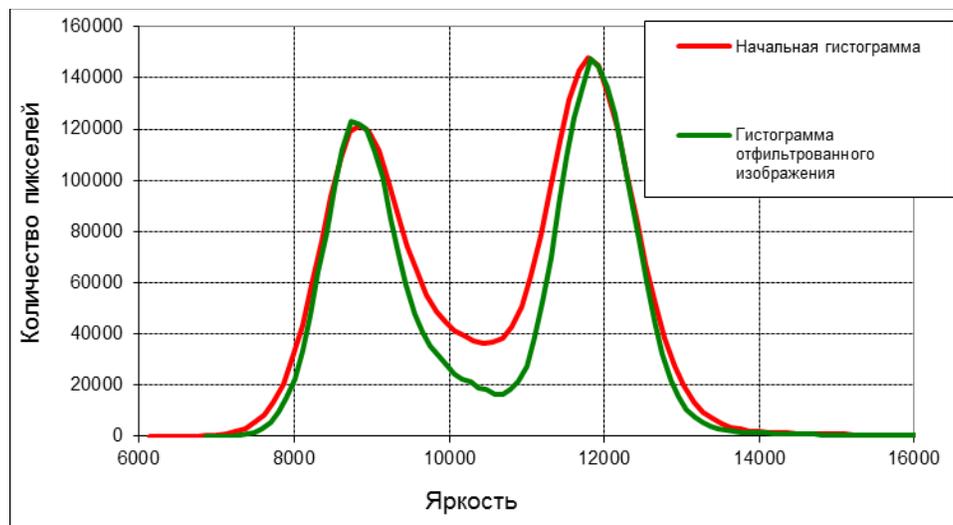
В ряде случаев (когда примесь слабоконтрастная, и ее значение серости близко к значению серости одного из материалов) влияние переходной зоны на общую гистограмму сечения настолько сильно, что делает выделение интересующего нас материала невозможным.

Для снижения влияния переходной зоны можно использовать специальные фильтры, убирающих пиксели переходной зоны путем осреднения их с пикселями, соответствующим тому или иному материалу. Такими свойствами обладают несколько фильтров. Для нашей задачи использовался фильтр Кувахары [106]. Главным его преимуществом являлось то, что в отличие от других фильтров, он не нарушает форму функций плотности вероятности отдельных материалов, позволяя, тем самым, использовать для анализа гистограмм отфильтрованных сечений уже отработанную методику.

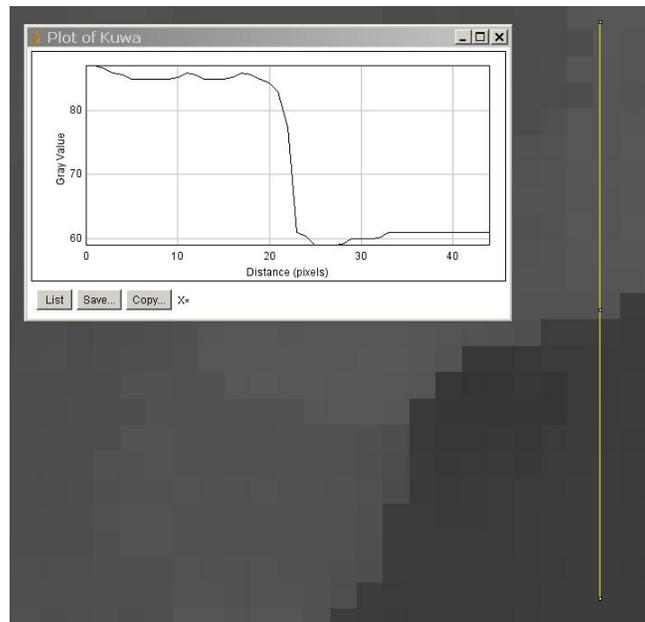
На Рис. 46 проиллюстрирован эффект изменения сечения рентгеновской компьютерной томографии искусственного образца при наложении фильтра: границы перехода между двумя материалами на изображении стали четкими, переходная зона исчезла, а профиль границы между материалами (Рис. 48) принимает ступенчатый вид. Сравнение гистограмм сечений с использованием фильтра и без фильтра на Рис. 47 показывает, что гистограммы отдельных материалов сузились, а в значениях серости, ранее соответствующих переходной зоне, гистограмма заметно «просела».



**Рис. 46. Сравнение сечений рентгеновской компьютерной томографии искусственного образца до (А,В) и после (Б,Г) наложения фильтра Кувахары. В, Г – влияние фильтра на переходную зону. А, Б – влияние фильтра на размерах нескольких песчинок.**

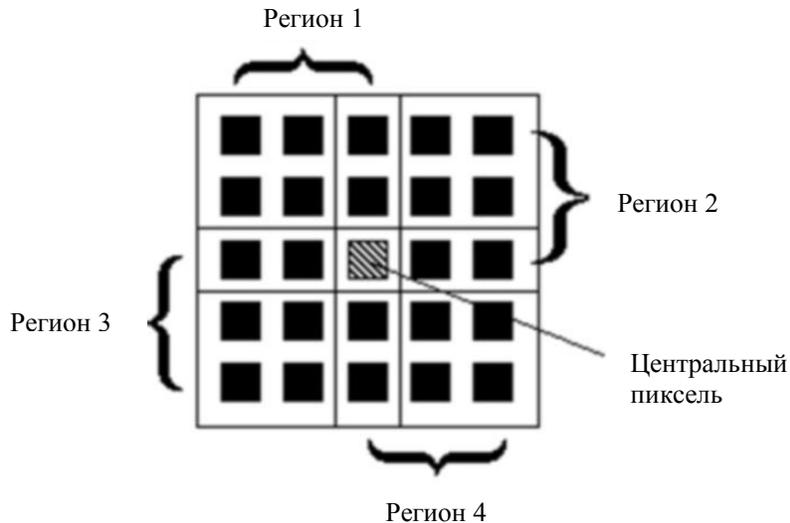


**Рис. 47. Гистограммы исходного изображения и после применения фильтра Кувахары.**



**Рис. 48. Профиль перехода через границу для отфильтрованного изображения. Профиль построен с помощью программы ImageJ.**

При работе данного фильтра для каждого пикселя на изображении выбирается зона вокруг него. Зона имеет форму квадрата, размер стороны которого является управляющим параметром фильтра. Квадрат разбивают на четыре региона, в каждый из которых входит анализируемый (центральный) пиксель (Рис. 49). Для каждого региона рассчитывается среднее значение серости, а также отклонение этого значения от значения серости центрального пикселя. Отклонения сравниваются, и центральный пиксель принимает среднее значение серости региона с наименьшим отклонением. В нашем случае использовался квадрат со стороной 7 пикселей. Такой размер был выбран, исходя из того, чтобы, с одной стороны, не происходило чрезмерного размытия (при большом размере выделяемой вокруг пикселя зоны), а с другой, переходная зона не усреднялась бы сама с собой (при малом размере выделяемой вокруг пикселя зоны).



**Рис. 49. Иллюстрация работы фильтра Кувахары.**

Таким образом, методом анализа изображения со значительным влиянием переходной зоны может быть наложение фильтра Кувахара на все сечения компьютерной томографии перед получением гистограммы сечений и последующей их аппроксимации.

Отметим, что если содержание примеси мало и не локализовано, а его гистограмма не скрыта переходной зоной, то предпочтительно использовать аппроксимацию переходной зоны, так как фильтр накладывает искажение.

### 3.5 Метод минимизации

В рамках данной работы необходимо минимизировать функционал (28) для решения обратной задачи и получения коэффициентов для функций плотности вероятности отдельных материалов. В этой задаче используется  $3n+n(n-1)/2$  управляющих параметров, где  $n$  – число выделяемых веществ в исследуемом образце. Чаще всего в исследуемом образце мы выделяем три различных вещества и, следовательно, используется до 12 управляющих параметров для функции минимизации.

Отметим, что в задаче (28) рассчитывается отклонение по абсолютной величине. Использование такой нормы обусловлено простотой анализа данных в случае неправильного начального приближения при решении обратной задачи.

Например, если мы не учли наличие какого-либо материала на сечении, то разница реальной гистограммы и ее аппроксимации, при использовании такой нормы, даст примерную форму функции плотности вероятности неучтенной области, в отличие, например, от среднеквадратичного отклонения. Однако, при такой норме у невязки будет наблюдаться разрыв производной минимизируемой функции в 0.

Аппроксимируемая функция, в силу ограниченной выборки и дискретизации гистограммы, может быть не гладкой функцией. Из-за этих двух фактов, минимизируемая функция – не гладкая. Таким образом, используемая функция минимизации не должна требовать гладкость функции.

Для данной задачи использовалась Shuffled Complex Evolution(SCE), предложенная Q. Y. Duan в 1993 году [79]. В своей статье авторы показывают стабильность метода на различных задачах, в том числе и с большим количеством управляющих параметров. Данный метод основан на симплекс методе и, следовательно, не требует гладкости минимизируемой функции. Таким образом, минимизация SCE полностью удовлетворяет предъявленным требованиям.

Основная идея данного метода – это эволюционный принцип поиска минимума. Метод создает несколько комплексов из точек, принадлежащих области, на которой ведется поиск минимума ( $\Omega$ ). Число таких комплексов и количество точек в каждом комплексе обусловлено числом управляющих параметров минимизируемой функции и количеством локальных минимумов, если информация о таковых существует. Точки задаются случайным образом на  $\Omega$  с возможным использованием начальных данных, указанных пользователем. На каждом шаге метода, точки разделяются на комплексы по определенному принципу, и в каждом комплексе используется симплекс для поиска лучшей точки. Опорная точка симплекса – «родитель», выбирается случайным образом с использованием весовых коэффициентов. Т.е. больший шанс стать родителем у точки со значением функции более близким к минимуму. Если в результате применения симплекса («эволюции») получается точка со значением функции меньшим, чем у худшей точки комплекса, то

она занимает ее место в комплексе. Если «потомство» не попадает в  $\Omega$ , для комплекса рассчитывается куб, содержащий все точки комплекса и внутри него случайным образом выбирается точка («мутация»), которая будет продолжать «эволюционировать». Если ни одна точка «потомства», полученная в результате применения симплекса не обладает меньшим значением, чем самая худшая точка комплекса, то создается случайная точка внутри куба, содержащего все точки комплекса, и заменяет худшую точку, в не зависимости от значения функции в этой точке. Затем, точки снова сортируются и разбиваются на комплексы для дальнейшей минимизации. Минимизация оканчивается, когда достигается критерий сходимости (область, содержащая все точки во всех комплексах, составляет  $\epsilon$  от  $\Omega$ ).

Данный метод хорошо себя зарекомендовал в рамках этой задачи, обеспечивая быстрый и качественный поиск минимума.

Процедура, проводящая предложенный анализ для всех сечений томографии с использованием метода минимизации SCE, была реализована сначала в среде разработки MATLAB, а после, для ускорения выполнения анализа – на языке программирования Fortran.

### **3.6 Проверка метода**

Первым проверочным объектом был модельный образец, представляющий собой стеклянную трубку, в которую последовательно поместили три различных минерала, уже упомянутый выше.

Данный образец удобен для проверки предлагаемой методики анализа гистограмм, поскольку распределение минералов вдоль его оси образца таково, что существуют контрольные сечения, содержащие только один минерал.

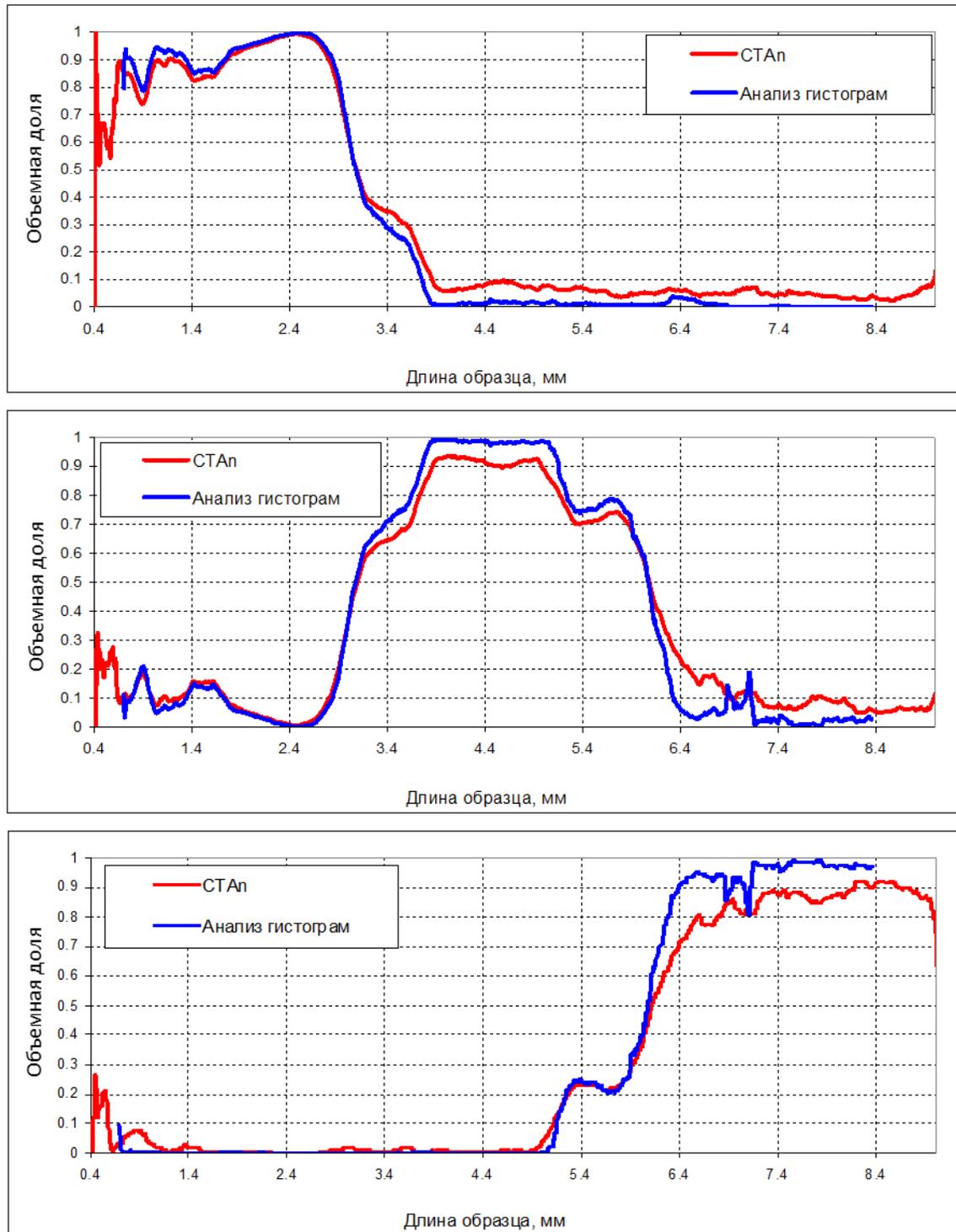
Поскольку различные минералы в образце редко соприкасались друг с другом, влияние переходной зоны на общую гистограмму сечения было пренебрежимо мало.

Тем самым, последняя могла быть аппроксимирована суммой из трех гауссианов, без введения аппроксимации переходных зон.

Достоверность рассчитанных профилей концентрации проверялась путем сравнения (Рис. 50) с данными, полученными обычным методом установки порога с помощью программного пакета СТАп – Computed Tomography Analyzer (программный пакет фирмы SkyScan для обработки рентгеновской компьютерной томографии, см. [skyscan.be](http://skyscan.be)).

Как видно на Рис. 50, профили концентрации, полученные с помощью установки порогов, не на всех сечениях совпадают с результатами метода анализа гистограмм, хотя общий тренд схож.

Ошибка, полученная при анализе установки порога, связана с тем, что порог выбирается для одного опорного сечения (исходя из взаимного расположения гауссианов, соответствующих отдельным минералам), и, далее, используется для всех остальных сечений, на которых такой порог может быть уже не корректным. В частности, визуально было обнаружено, что метод установки порога может показывать наличие минерала на тех сечениях, где его в действительности нет. Причем, метод анализа гистограмм давал в тех же сечениях корректные результаты.



**Рис. 50. Рассчитанные профили концентрации для трех минералов в модельном образце.**

Другим образцом, на котором проводилось сравнение данного метода с программой СТAn, был искусственный образец (N3), приготовленный из смеси

песка и силикатного клея, с пористостью 38.2%. В процессе фильтрационных экспериментов образец насыщался раствором бентонитовой глины, модифицированной специальным контрастным агентом для улучшения контрастности на рентгеновской томографии. После фильтрационного эксперимента – перед проведением рентгеновской компьютерной томографии, образец был высушен.

Сканировалась часть образца, длиной 6 мм, начиная от входа (т.е. торца, через который осуществлялась закачка глинистого раствора).

Основные результаты, рассчитанные для данного образца – это профиль концентрации песка, по которому можно пересчитать начальную пористость образца, и профиль концентрации модифицированной глины вдоль образца (Рис. 51).

Необходимо отметить, что в ходе фильтрационного эксперимента, после закачки раствора бентонитовой глины, через образец прокачивалось несколько поровых объёмов чистой воды. Этим объясняется возрастание концентрации модифицированной глины в образце с длиной – в процессе закачки чистой воды частицы глины были смещены вглубь образца.

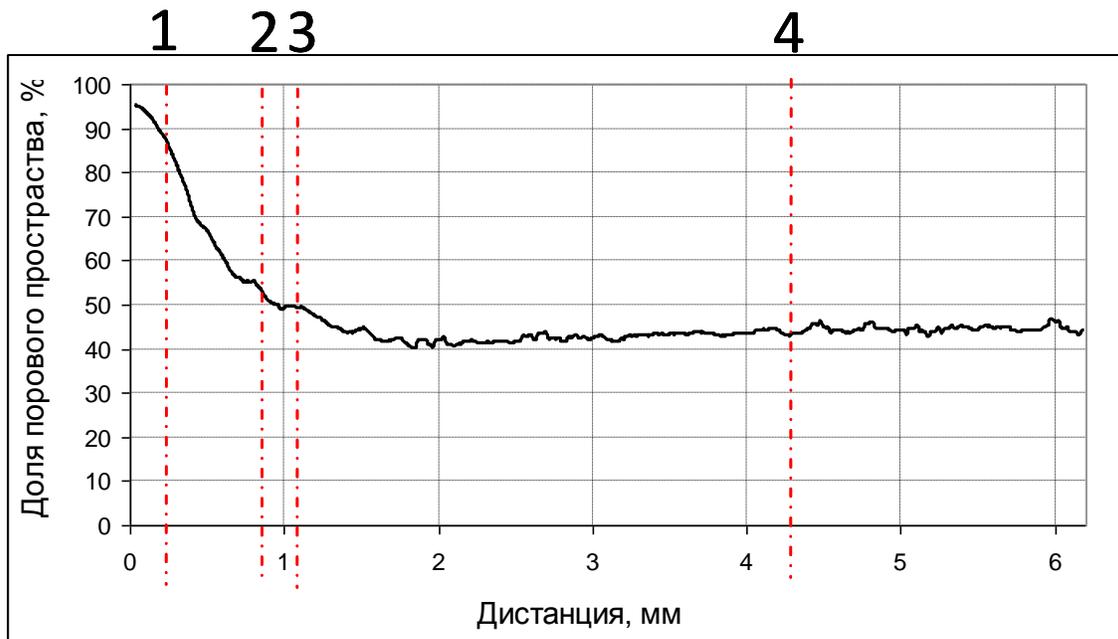
Так же стоит отметить, что торец образца, через который осуществлялась фильтрация, был частично поврежден в ходе эксперимента (Рис. 52.1), с чем согласуется динамика пористости до 1.5 мм. Соответственно, для построения профиля концентрации глины имеет смысл использовать только данные после 1.5 мм.

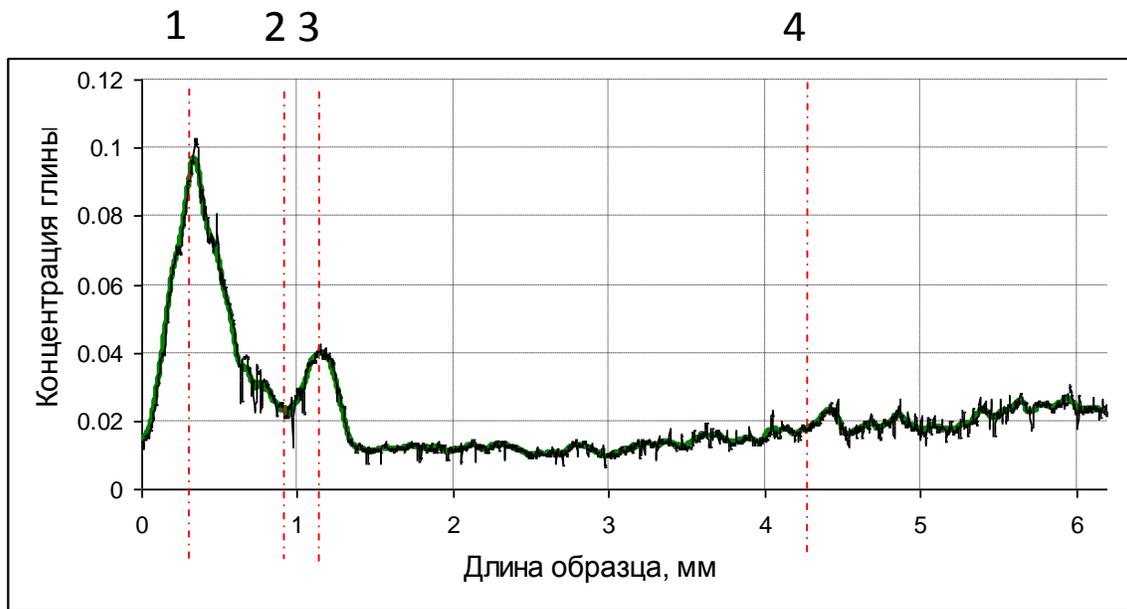
На Рис. 52 изображены сечения, обозначенные пунктирными линиями на Рис. 51, на которых отчетливо видны поврежденные области образца, и повышенная концентрация глины (в виде плотной корки осевших частиц).

На Рис. 53 представлено сравнение профиля объемной доли скелета и захваченных частиц, рассчитанного методом установки порогов (программой STAn), с профилем пористости, рассчитанного методом анализа гистограмм. Ключевым фактом в данном случае является не только соответствие уровней пористости,

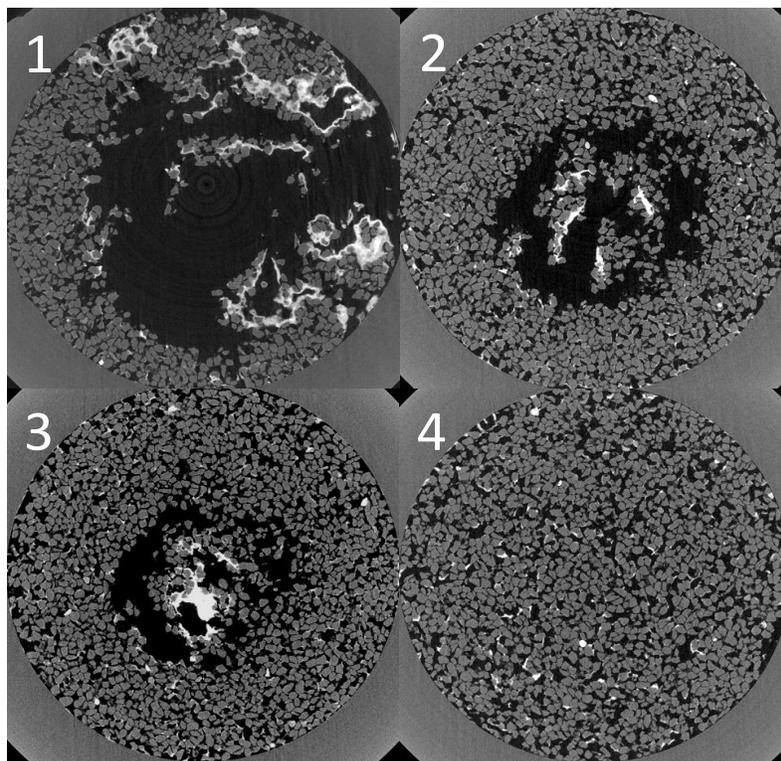
которое легко может быть обеспечено выбором соответствующего порога, а также схожий тренд изменения пористости.

Высокая амплитуда изменений профиля, полученного для метода установки порога – результат того, что анализировалась лишь небольшая область сечения, поскольку размер области, с которой может работать СТАп, ограничен оперативной памятью. Напротив, при анализе гистограмм мы можем использовать все имеющиеся сечения (при анализе гистограмм использовались более 3 млн. пикселей, а для метода установки порогов (программой СТАп) на том же компьютере могло быть использовано только 360 тысяч пикселей, что являлось доступным максимумом).

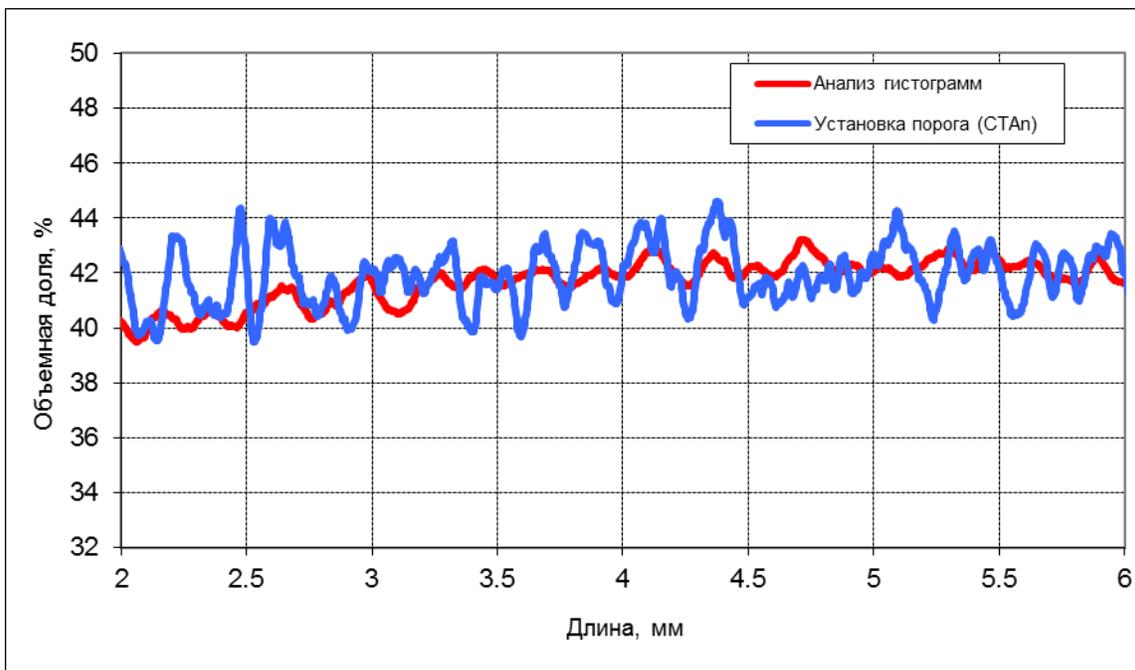




**Рис. 51. Профили концентрации внесенной глины и начальной пористости для искусственного образца N3. Пунктирными линиями отмечены сечения, представленные на Рис. 52.**



**Рис. 52. Сечения рентгеновской компьютерной томографии для искусственного образца N3, соответствующие линиям, отмеченным на Рис. 51.**



**Рис. 53. Сравнения результатов объемной доли захваченных частиц и пористости, полученной с помощью метода анализа гистограмм и метода установки порога.**

### 3.7 Заключение к главе

Для анализа данных рентгеновской компьютерной томографии с целью получения профилей объемных долей материалов, представленных в анализируемой пористой среде, был разработан метод. Предложенный метод позволяет разрешить неоднозначность определения объемной долей материалов связанные с перекрытием диапазона яркости соответствующих разным материалам. Предложенный метод основан на представлении гистограммы отдельного сечения томографии в виде функции плотности вероятности яркости на сечении, которую можно представить в виде суперпозиции функций плотности вероятности отдельных материалов представленных в анализируемой пористой среде. Было обнаружено существование переходной области на границе материалов обладающей собственной функцией плотности вероятности. Была предложена модель функции плотности вероятности переходной зоны. Для работы со слабоконтрастными захваченными частицами суспензиями был предложен фильтр Кувахары, позволяющий уменьшить влияние переходной области.

Полученный метод был проверен с помощью программного обеспечения СТАп на наборе образцов. Метод показал согласование со значением макропараметром пористости для искусственного образца.

Среди недостатков данного метода стоит отметить небольшую глубину проведения исследования за одно сканирование (4-8 мм), долгое время проведения исследования (несколько часов), сложность работы со слабоконтрастными кольматирующими частицами и высокую стоимость оборудования. Достоинствами метода является высокая точность, надежность и получение объемной доли напрямую, без калибровки и какой-либо интерпретации.

## Глава 4. Анализ сколов образцов

Применение рентгеновской компьютерной томографии обосновано при работе с твердыми, плотными частицами суспензий, хорошо контрастирующих в пористой среде, однако, при работе с частицами практически прозрачными для рентгеновского излучения определить объемные доли захваченных частиц с её помощью становится невозможно. Для таких частиц необходимо было разработать альтернативный метод получения распределения захваченных частиц вдоль исследуемых образцов.

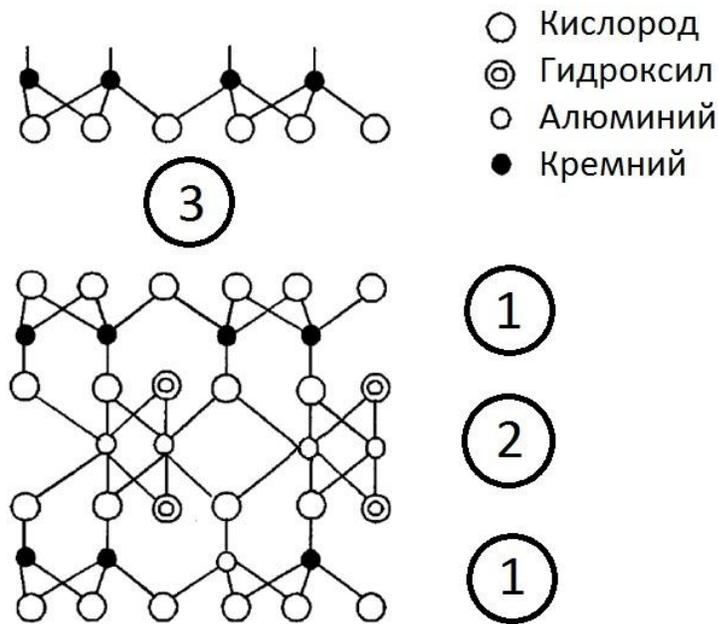
Исследование процесса коагуляции частицами бентонитовой глины являлось необходимым в рамках проводимых исследований, так как бентонит является важным компонентом буровых растворов, добавляемый для модификации реологических свойств.

При изучении процесса фильтрации суспензии бентонитовой глины через пористую среду необходимо было разработать альтернативный метод получения распределения захваченных частиц вдоль образца. В литературе встречались работы по использованию цветной дисперсной фазы в фильтруемых суспензиях для последующего анализа сколов образца. Чаще всего такими частицами служили яркие латексные частицы или гематит, который обладает ярким красным цветом, легко отличимым внутри большинства горных пород.

В рамках настоящей работы было предложено использование специального красителя, проникающего только в частицы глины и не окрашивающий дисперсную среду, обеспечивающего цветовой контраст частиц бентонитовой глины в пористой среде, незначительно изменяющий фильтрационные и реологические свойства суспензии. Предложен метод анализа сколов образцов после фильтрации окрашенной суспензии бентонитовой глины.

#### 4.1 Механизм окрашивания бентонитовой глины

Бентонит относится к смектитовой группе минералов и на 60-70% состоит из минерала монтмориллонит ( $\text{Al}_2[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ), который представляет собой листовый силикат с расширяющейся структурной ячейкой; обладает высокой набухаемостью и способен давать гелеобразную суспензию. Монтмориллонит обладает кристаллической решеткой, схема которой представлена на Рис. 54. Кристаллическая решетка монтмориллонита состоит из тетраэдрических слоев (1), окружающих октаэдрические слои (2). Между данными структурами находится пространство (3) заполненное гидратированными катионами, которые могут быть заменены на другие частицы с положительным зарядом, в данном случае используемый катионный краситель. В случае с бентонитом используемое количество красителя должно быть меньше емкости катионного обмена глины для обеспечения полного поглощения пигмента и предотвращения содержания свободного красителя в жидкости. Высокая интенсивность окраски пигментов позволяет использовать низкие концентрации красителя и сохранять реологические свойства суспензии глины неизменными. В настоящей работе в качестве катионного красителя использовался бриллиантовый зеленый.

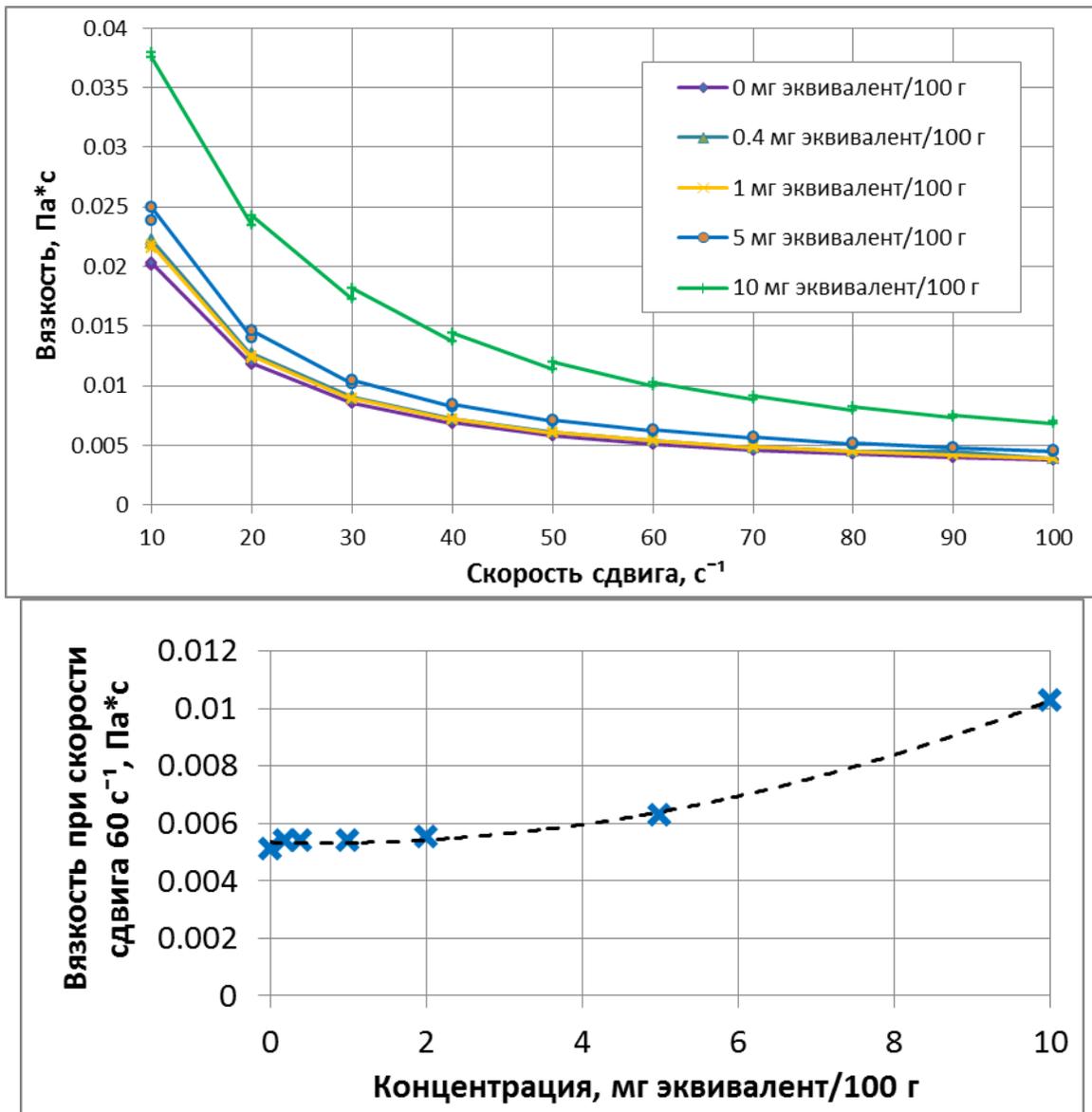


**Рис. 54. Слоистая кристаллическая структура монтмориллонита. Кристаллическая решетка монтмориллонита состоит из тетраэдрических слоев (1), окружающих октаэдрические слои (2). Между данными структурами находится пространство (3) заполненное гидратированными катионами.**

#### **4.2 Измерение реологических и фильтрационных свойств окрашенной глины**

Окрашивание глины красителем не должно сильно сказаться на реологических и фильтрационных свойствах бентонитовой глины, чтобы добавленный краситель не изменял результатов экспериментов на фильтрационной установке.

Для проверки реологических свойств проводились измерения на реометре. На Рис. 55 представлена зависимость для реологических свойств раствора бентонитовой глины при добавлении в него красителя. На верхнем графике представлены реологические кривые, из которых следует, что реологическая зависимость по характеру не меняется при добавлении красителя. На нижнем – зависимость вязкости при скорости сдвига  $60 \text{ с}^{-1}$  от концентрации красителя, которая показывает, как растет абсолютное значение.



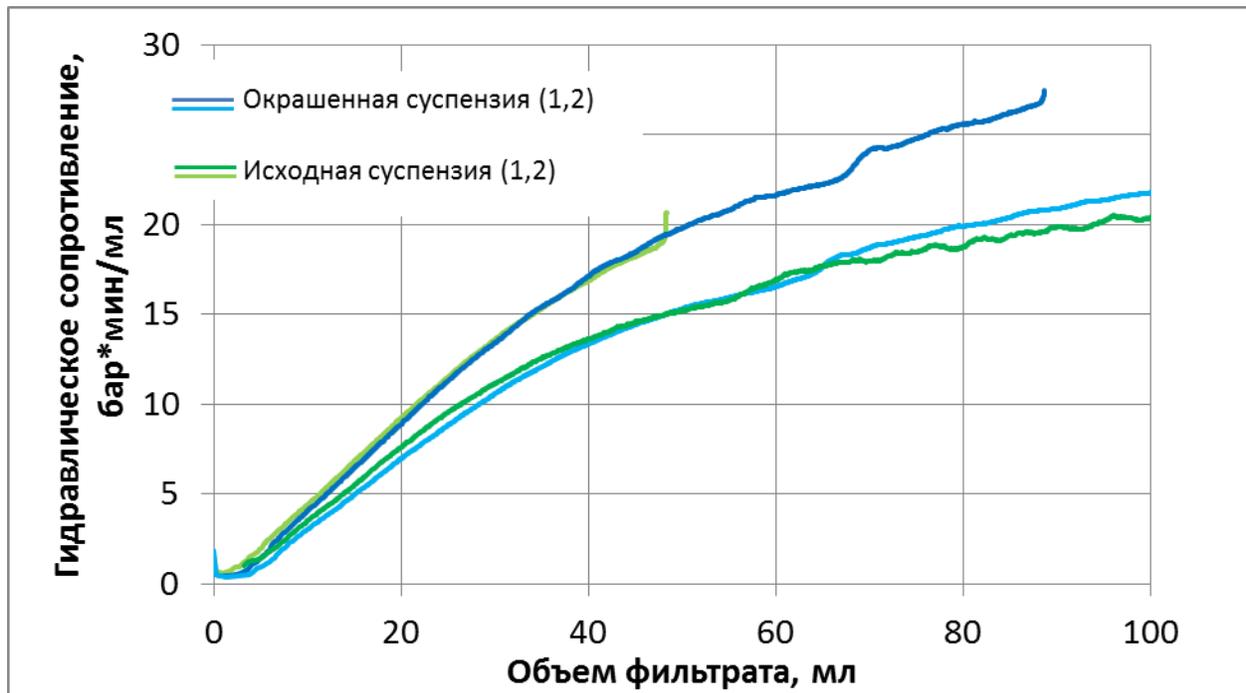
**Рис. 55.** Влияние концентрации красителя на реологические свойства бентонитовой глины. На верхнем графике представлена зависимость реологических кривых при изменении концентрации используемого красителя, на нижнем – зависимость вязкость бентонитовой глины от концентрации красителя при скорости сдвига в  $60 \text{ с}^{-1}$ .

Удовлетворительный уровень изменения цвета достигается на концентрации 1 мг эквивалент/100 г, для которой отличие в вязкости составляет  $<5\%$ . Результат окрашивания представлен на Рис. 56.



**Рис. 56. Результат окрашивания бентонитовой глины красителем бриллиантовый зеленый.**

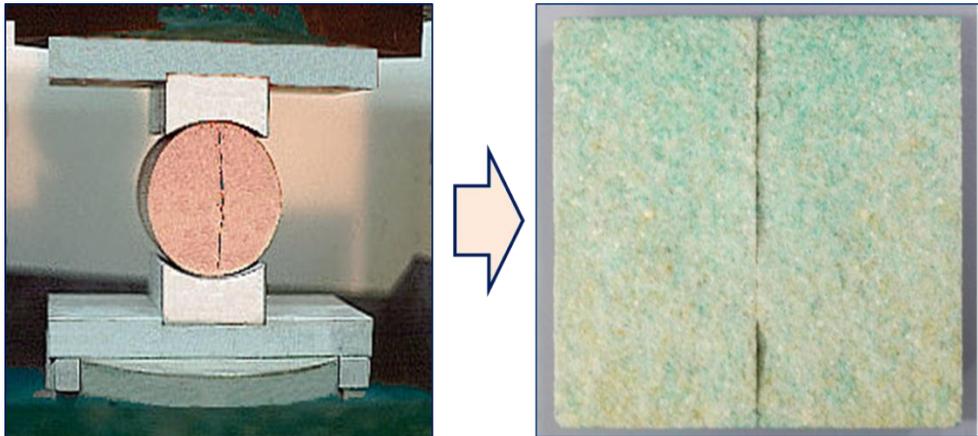
Влияние красителя на фильтрационные свойства исследовались с помощью экспериментов на фильтр-прессе с фильтрационной бумагой. На Рис. 57 представлены графики динамики роста гидравлического сопротивления от объема фильтрата для суспензий исходной и окрашенной бентонитовой глины. Для обеих суспензий представленных на рисунке наблюдается одинаковая динамика до и после окрашивания, что говорит о слабом влиянии красителя в используемой концентрации на фильтрационные свойства.



**Рис. 57.** Сравнения роста гидравлического сопротивления при фильтрации окрашенной и не окрашенной бентонитовой глины через фильтрационную бумагу.

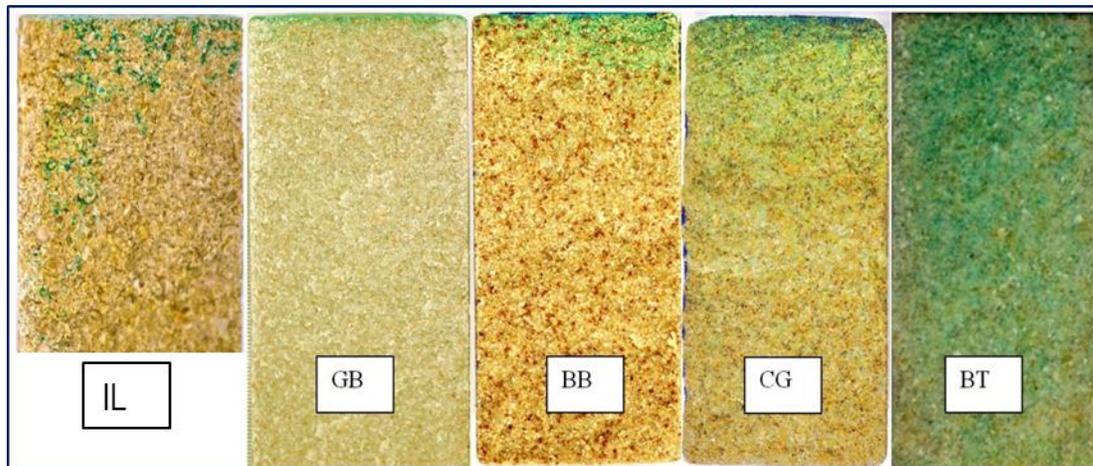
### 4.3 Использование окрашенной глины в фильтрационных экспериментах

Приготовленная окрашенная суспензия бентонитовой глины используется в обычных фильтрационных экспериментах на фильтрационной установке. После проведения эксперимента образцы горных пород извлекались из кернодержателя и раскалывались для оценки глубины проникновения частиц бентонита. Для получения ровного раскола по всей длине исследуемого образца использовалась процедура Бразильского теста [88], при котором цилиндрический образец разрушается постепенным сдавливанием между двух параллельных плоскостей. Конфигурация и результат применения бразильского теста представлена на Рис. 58.



**Рис. 58. Результат проведение Бразильского теста на образце.**

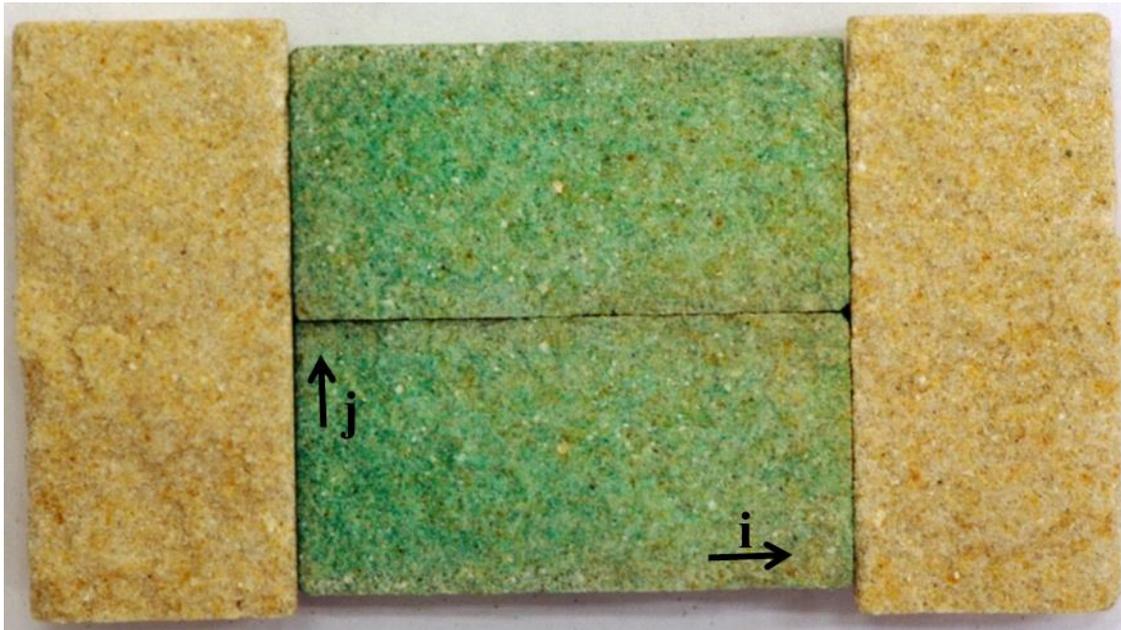
После раскола образец фотографировался, и глубина проникновения частиц бентонита измерялась. На Рис. 59 представлены расколы для основных типов образцов, использованных в рамках данной работы после фильтрации через них окрашенной суспензии бентонитовой глины с концентрацией 10 г/л. Окрашенная глина сильно контрастирует внутри исследуемых образцов и область проникновения частиц бентонита может быть однозначно определена.



**Рис. 59. Расколы основных типов образцов горных пород, использованных в работе, после фильтрации через них 10 г/л окрашенной суспензии бентонитовой глины.**

#### 4.4 Анализ скола образцов для получения распределения захваченных частиц вдоль образца

Для количественной оценки распределения объёмной доли частиц внутри образца, был предложен метод характеристики проникновения частиц с помощью оценки изменения цвета вдоль образца. В среде разработки MATLAB создана программа анализа изменения цвета фотографии по трем каналам: красный (R), зеленый (G) и синий (B). Цифровая фотография скола образца представляется в виде трех двумерных матриц, соответствующих распределению интенсивности одного из трех цветов формата RGB:  $R_{ij}$ ,  $G_{ij}$ ,  $B_{ij}$ , где  $i$  – индекс элемента матрицы по направлению вдоль оси фильтрации, а  $j$  – поперек (см. Рис. 60).



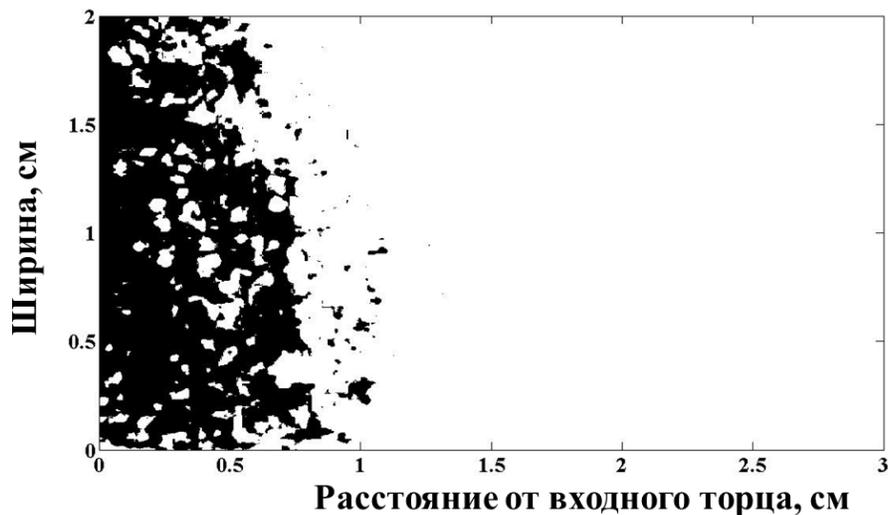
**Рис. 60. Скол образца песчаника Bentheimer после фильтрации через него окрашенной суспензии бентонитовой глины 20 г/л. С торца к образцу приставлен чистый образец для получения фоновых значений  $R_0$ ,  $G_0$ ,  $B_0$ , необходимых для численной характеристики.**

В качестве характеристики  $S_{ij}$  количества проникших частиц окрашенного бентонита использовалась сумма абсолютных значений изменения интенсивности цвета относительно фоновых значений:

$$S_{ij} = |R_{ij} - R_0| + |G_{ij} - G_0| + |B_{ij} - B_0| \quad (29)$$

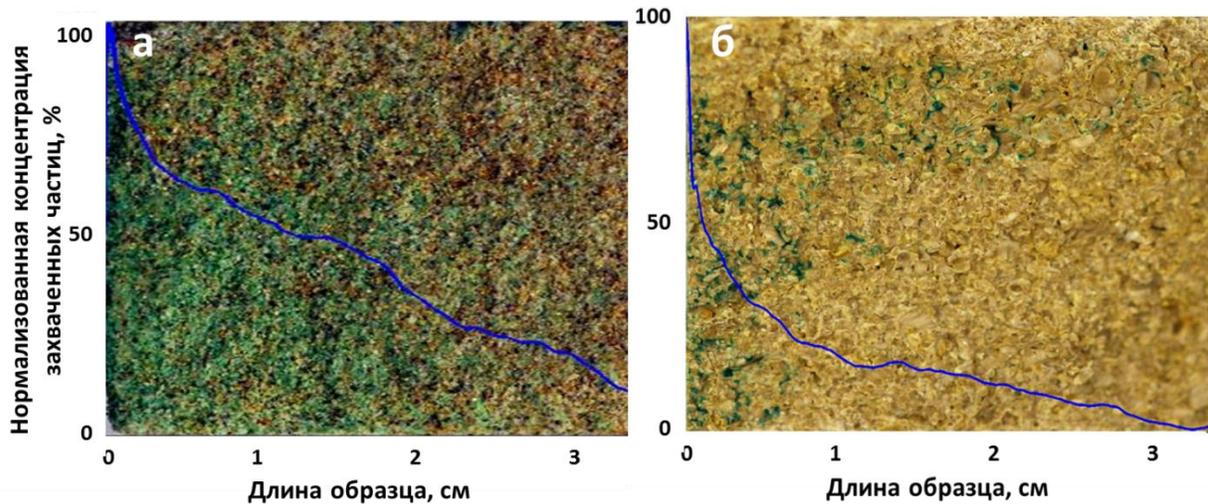
где  $R_0$ ,  $G_0$  и  $B_0$  - фоновые значения цвета, полученные на чистом образце. Важно при этом чтобы чистый образец был сфотографирован при тех же условиях что и исследуемый загрязненный образец. В случае если глубина проникновения была меньше длины образца, то для получения фоновых значений цвета использовалась незагрязненная часть образца, в случае если образец был загрязнен на всю длину, для настройки метода при фотографировании к торцу прислоняли чистый образец из той же горной породы, как показано на Рис. 60.

На Рис. 61 представлен черно-белый вариант обработки фотографии скола образца Buff Berea после проведения фильтрационного эксперимента: черным цветом выделены области  $S_{ij} > 0$ , что соответствует проникшим частицам глины.



**Рис. 61. Область проникновения бентонитовой глины на продольном сколе образца песчаника Buff Berea (черный цвет соответствует  $S_{ij} > 0$ )**

Для построения профиля распределения частиц вдоль направления фильтрации матрица  $S_{ij}$  суммируется по  $j$ -ому индексу, а полученное распределение нормируется на свое максимальное значение. Примеры профилей такой характеристики приведены на Рис. 62.



**Рис. 62. Профили образцов песчаника Castlegate(а) и известняка Indiana Limestone(б) после закачки окрашенной суспензии бентонитовой глины. Синяя линия соответствует профилям нормализованной концентрации захваченных частиц  $\sigma/\sigma_{\max}$ .**

Методика определения количества захваченных частиц по изменению интенсивности цвета выходит за рамки данной работы, т.к. для оценки динамики захвата требуются не абсолютные значения, а форма профиля  $\sigma(x)$ , нормированная на значение  $\sigma_0$  в некоторой координате  $x_0$ .

#### 4.5 Заключение к главе

Для получения пространственных профилей распределения захваченных частиц бентонитовой глины вдоль исследуемых образцов при фильтрации суспензии бентонитовой глины был предложен метод окрашивания с последующим анализом сколов образцов. Было проведены исследования влияния красителя на фильтрационные и реологические свойства суспензий и выбрана концентрация красителя, при которой такое влияние незначительно ( $\sim 5\%$ ), а цветовая окраска частиц хорошо контрастирует в пористой среде исследуемых образцов горных пород. Выбранная концентрация катионного красителя меньше катионного обмена бентонита, что гарантирует полное поглощение пигмента частицами глины и отсутствие свободного красителя в дисперсной среде суспензии. Был предложено использование Бразильского теста для получения ровного скола исследуемых

образцов после фильтрации. Создан алгоритм обработки фотографий сколов образцов для получения профилей распределения концентрации проникших частиц бентонита вдоль образца.

## Глава 5. Акустическое исследование кернов

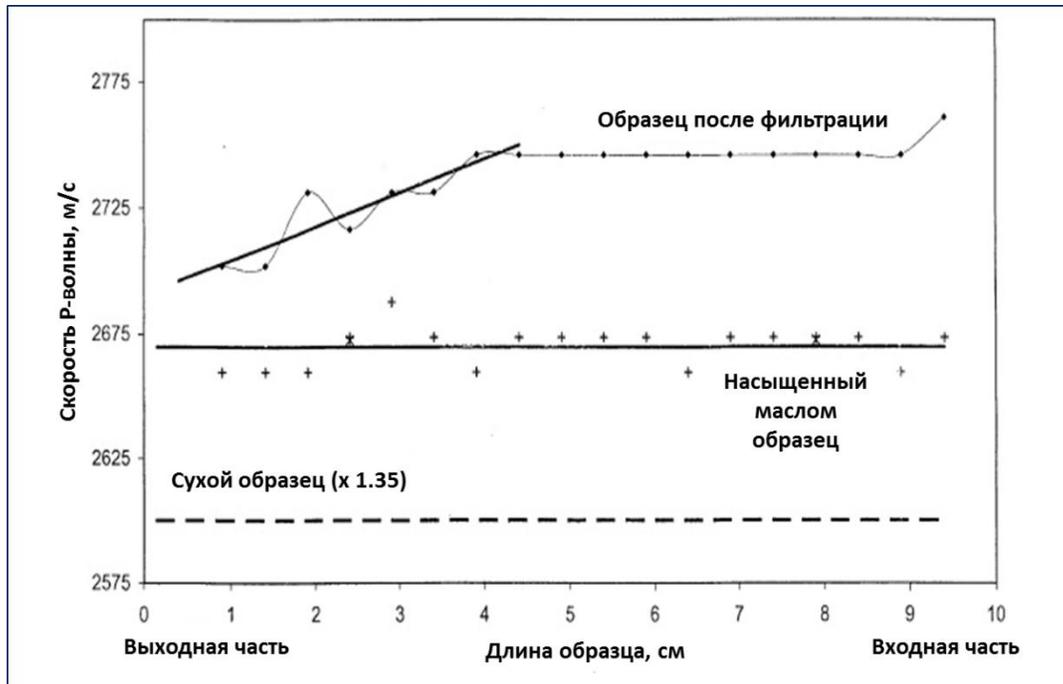
Предложенные методы окрашивания компонент суспензии и анализа компьютерной томографии для получения профилей распределения захваченных частиц в загрязненном образце имеют ряд недостатков, описанных выше, что послужило мотивацией для поисков иных способов определения глубины зоны кольматации и профилей распределения захваченных частиц суспензии.

В процессе фильтрации, частицы, захватываемые в пористой среде, изменяют ее упругие свойства, снижают пористость и проницаемость. Интенсивность такого изменения будет зависеть от количества захваченных частиц на единицу объема, природы захваченной частицы и механизма захвата. Таким образом, после фильтрации, в загрязненном образце возникает искусственная неоднородность данных свойств, характеризующая количество захваченных частиц.

Акустическое исследование неоднородности образцов широко распространено в геофизических приложениях (например, см. [12]). С другой стороны, согласно теории Био-Френкеля-Николаевского [47,64,65,30,29] распространения акустической волны в пористой среде скорость и коэффициент поглощения  $P$ -волны зависят от параметров пористости, модуля объемного сжатия и проницаемости. Измерение акустического профиля на образце до и после фильтрации через него модельного бурового раствора провел Khan et. al [6] (см. Рис. 63). До начала фильтрационного эксперимента образцы были насыщены маслом, а использованный буровой раствор был на водной основе. Такая постановка эксперимента не может гарантировать, что изменение скорости распространения  $P$ -волны связано с захватом в пористой среде дисперсной фазы, а не с заменой насыщающей жидкости образца. Форма полученных в этой работе профилей, где в зоне изменённых свойств скорость распространения  $P$ -волны выходит на плато, говорит о том, что доминантным механизмом в данных исследованиях было замена

насыщающей жидкости с масла на воду, ведь по опыту других работ, профиль проникновения частиц в образцы имеет экспоненциальный или близкий к нему вид.

Указанные выше теоретические предпосылки, а также отсутствие систематических экспериментальных исследований, послужили мотивацией для создания установки по ультразвуковому сканированию образцов и проведения собственных измерений.



**Рис. 63. Профиль скорости распространения  $P$ -волны, полученный в работе Khan et. al [103] на образцах песчаника Berea до и после фильтрационных экспериментов с модельным буровым раствором.**

## 5.1 Система ультразвукового профилирования образцов

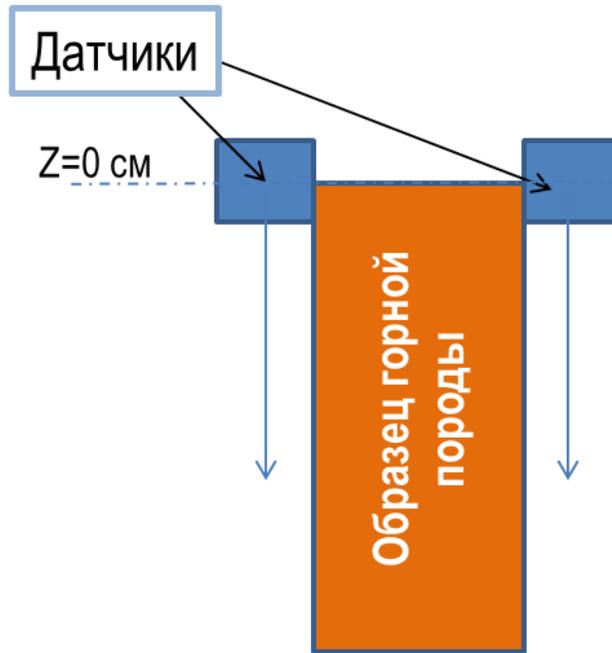
В ходе проведения настоящей работы была сконструирована установка по проведению ультразвукового профилирования. Установка состоит из ручной системы позиционирования и двух датчиков  $P$ -волны Olympus V103-RM с собственной частотой 1 МГц и апертурой в 13 мм (см. Рис. 64). Для создания акустического сигнала использовался генератор NI PXI-5421, а для получения сигнала использовалось АЦП NI PXI-5105. С помощью шкалы на системе позиционирования устанавливалась область образца, в которой проводилось

измерение, а с помощью боковых зажимов к исследуемым частям образца диаметрально прижимались датчики. Использование жидкостей для создания качественного акустического контакта было невозможно из-за проникновения этих жидкостей вглубь исследуемой пористой среды и последующего изменения её акустических и фильтрационных свойств. В случаях, когда требовалось улучшить акустический контакт, использовались специальные латунные и алюминиевые держатели, одевающиеся на используемые датчики и увеличивающие эффективную поверхность соприкосновения между датчиком и исследуемым образцом.



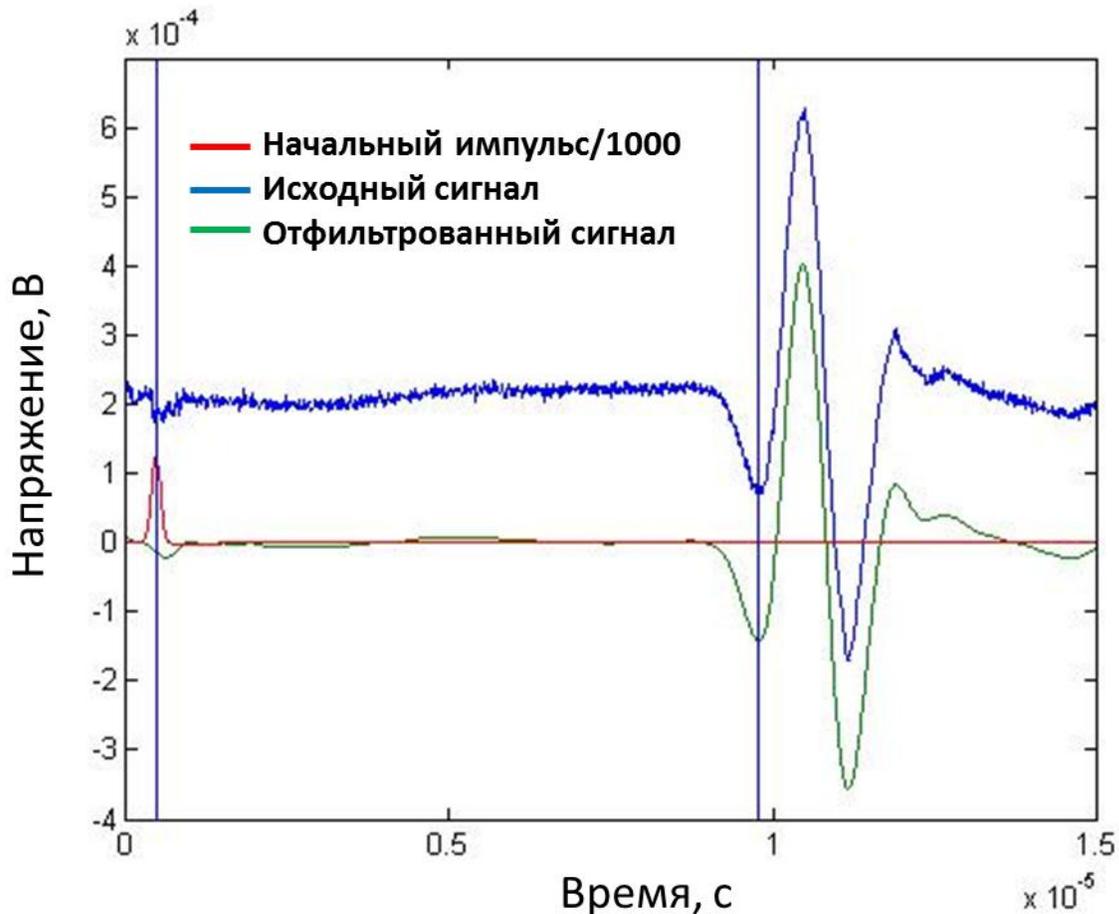
**Рис. 64. Ручная система позиционирования и датчики Olympus V103-RM для ультразвукового профилирования образцов горных пород.**

Схема положения датчиков и системы отсчета при проведении профилирования представлена на Рис. 65.



**Рис. 65. Принципиальная схема проведения измерений на установке акустического профилирования.**

Управление системой генерации исходного импульса и получения прошедшего сигнала было написано в среде разработки MATLAB. Генерируемый сигнал представляет собой Гауссиан. Для определения времени прохождения волны через систему из датчиков, держателей и исследуемого образца использовался метод, основанный на измерении времени между максимумом исходного импульса и первым локальным максимумом абсолютного значения полученного сигнала приходящего сигнала, соответствующего приходу  $P$ -волны, самой быстрой из акустических волн в твердом теле. Для автоматического определения времени распространения волны был написан алгоритм определения положения максимумов и расчёта времени между ними. Для качественной работы алгоритма исходный сигнал отфильтровывался идеальным фильтром от высоких частот ( $> 5$  МГц). Пример работы системы и данного алгоритма приведен на Рис. 66.



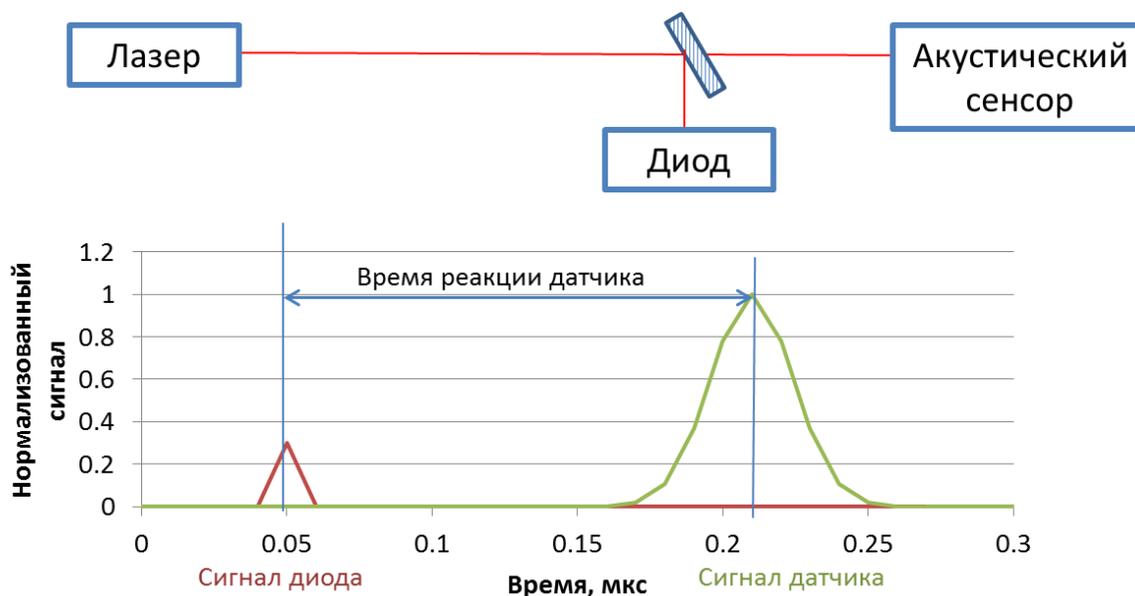
**Рис. 66. Пример сгенерированного импульса, полученного сигнала и отфильтрованного сигнала с расставленными метками. Метки соответствуют максимуму исходного импульса и первому локальному максимуму абсолютного значения принятого сигнала, которые использовались для расчёта скорости распространения  $P$ -волны.**

## 5.2 Калибровка датчиков и оценка «мертвого времени»

Для получения корректных измерений скорости распространения  $P$ -волны в образцах горных пород необходимо было откалибровать используемые акустические датчики, а также оценить «мертвое время» системы, необходимое для прохождения волны в латунных и алюминиевых держателях (волноводах).

Калибровка собственного времени датчиков осуществлялась с помощью акустических сигналов, индуцированных лазерным импульсом (подробное описание методики приведено в работе [122]). Схема тестирования датчиков представлена на Рис. 67. При такой системе измерений, пучок лазерного излучения проходит через

полупрозрачное зеркало, которое его разделяет. Часть сигнала направляется на диод, который фиксирует время прихода лазерного импульса, вторая часть пучка падает на поверхность сенсора, индуцируя короткий акустический импульс в широком диапазоне частот, который регистрируется ультразвуковым сенсором. Если пренебречь временем, потраченным на распространении пучка лазерного излучения, время реакции датчика равняется разнице между временем прихода сигнала от диода и от датчика. По результатам измерений, собственное время реакции одного датчика составило 0.154 мкс, а другого 0.16 мкс. Суммарное время задержки в системе из двух датчиков, когда один из датчиков является излучателем, а другой - приемником составляет 0.314 мкс.



**Рис. 67. Схема измерения собственного времени срабатывания акустического датчика.**

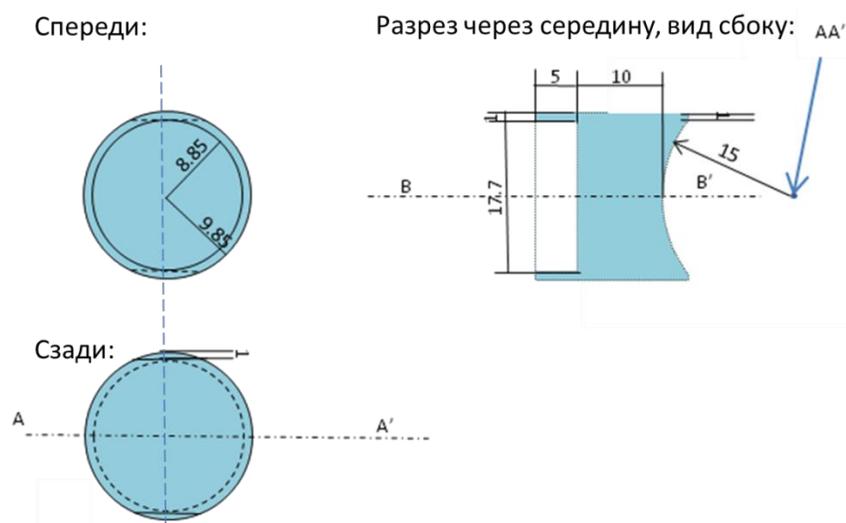
Полученные результаты были использованы для измерения скорости звука на наборе эталонов (см. Таб. 3). Относительно высокие отклонения скорости от эталонных значений ( $>0.1\%$ ) для латуни и алюминия, могут быть связаны с технологией выплавки и подготовки данных образцов. Наиболее надежными являются измерения для плавленого кварца из-за особой строгости к процедуре его изготовления, где и была продемонстрирована наименьшее отклонение.

**Таб. 3. Настройка проверка оценки собственного времени датчиков на наборе эталонов.**

Материал Эталона	Латунь	Алюминий	Плавленный Кварц
Измеренная скорость, м/с	4521.818	6463.28852	5983.724
Эталонная скорость, м/с	4470	6420	5970
Разница, м/с	-27.414	-26.62197	-4.19149
Относительная ошибка, %	0.613288	0.41467243	0.070209

На следующем шаге оценивались потери времени, связанные с использованием дополнительных приспособлений, к которым в первую очередь относятся волноводы из латуни алюминия, специальной формы (схему см. Рис. 68) для создания лучшего акустического контакта между цилиндрической поверхностью образца и датчиком. В некоторых других случаях дополнительно использовались силиконовые манжеты или термоусадочные кембрики.

Перед применением таких приспособлений для измерений на образцах горных пород, сначала делается промер на нескольких эталонах. По разнице времен прохождения с приспособлением и без него определяется потерянное время.

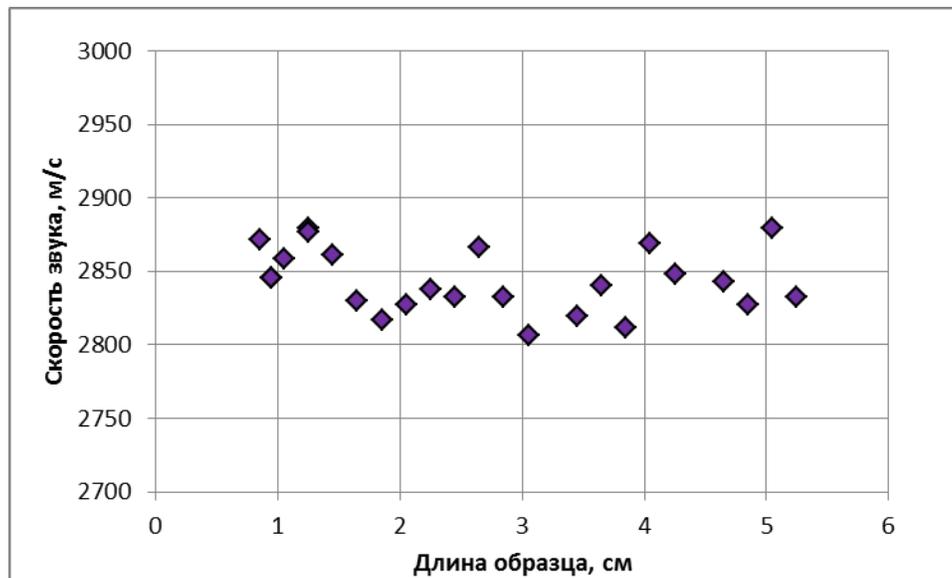


**Рис. 68. Схема волноводов из алюминия и латуни, использующихся для обеспечения лучшего акустического контакта.**

### 5.3 Получение профилей для загрязненных образцов

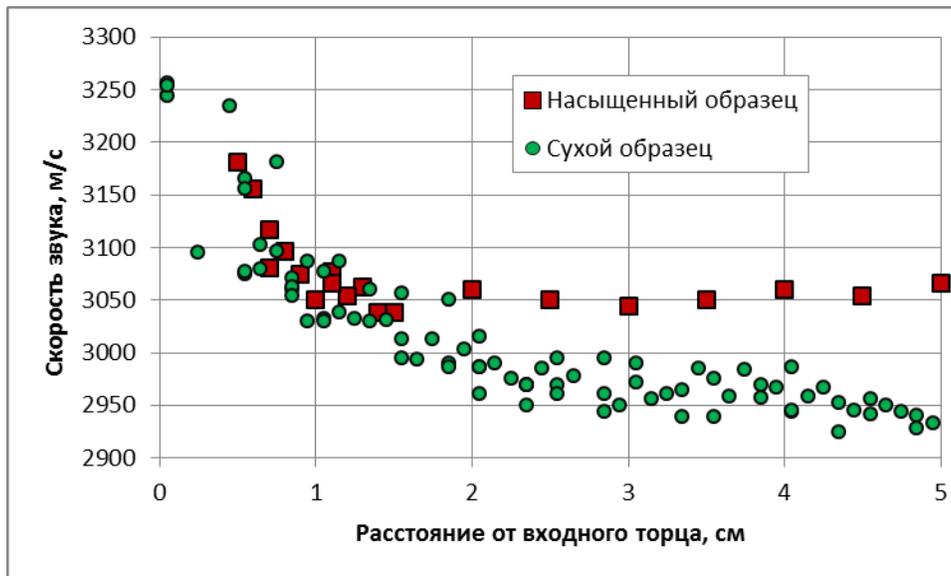
С помощью собранной системы получены первые профили скорости распространения  $P$ -волны и удалось зафиксировать эффект влияния проникших частиц на акустические свойства образцов, через которые фильтровались суспензия частиц карбида кремния в полимере Xanthan. Шаг профилирования в измерениях составлял 2 мм.

На Рис. 69 представлен профиль скорости для образца песчаника Bentheimer (BT15) до проведения фильтрации. График равномерный, среднее значение для образца составило 2840 м/с, среднеквадратичное отклонение 22 м/с.



**Рис. 69.** Измерение профиля скорости для чистого образца.

На Рис. 70 представлено сравнение между профилированием образцов в сухом и насыщенном виде для образца песчаника Bentheimer (BT11), через который фильтровалась суспензия частиц карбида кремния (25 г/л) в слабо концентрированном полимере (1 г/л). Из рисунка видно, что в приторцевой части профиль, полученный на насыщенном образце, имеет схожее поведение с профилем по сухому образцу, однако после первого сантиметра от входного торца нет значительных вариаций в скорости распространения  $P$ -волны. После серии испытаний был сделан вывод о том, что в насыщенных образцах эффект проявляется хуже.



**Рис. 70. Профиль скорости для образца Bentheimer (BT11) в насыщенном и сухом состоянии после фильтрации суспензии частиц карбида кремния 25 г/л в полимере 1г/л.**

Основная часть последующих измерений выполнялись на высушенных образцах. На Рис. 71 приведен профиль, померенный для образца песчаника Bentheimer (BT15), через который фильтровалась суспензия частиц карбида кремния (10 г/л) в слабо концентрированном полимере (1 г/л). На данном рисунке красная пунктирная линия соответствует среднему значению скорости звука в образце до проведения фильтрационного эксперимента. Из рисунка видно, что в приторцевой части произошло значительное изменение скорости распространения  $P$ -волны, которое может быть интерпретировано только как результат проникновения частиц карбида кремния в пористую среду.



**Рис. 71. Профиль скорости распространения  $P$ -волны для образца Bentheimer (BT15).**

#### **5.4 Математическая модель распространения $P$ -волны в насыщенной пористой среде**

Полученное изменение скорости звука от концентрации захваченных частиц интерпретировалось с точки зрения теории Био-Френкеля-Николаевского распространения упругих волн в насыщенной пористой среде.

Согласно этой теории в насыщенной пористой среде существуют продольные волны двух типов: быстрая затухающая – волна первого рода и медленная сильнозатухающая – волна второго рода. Данная классификация введена в работе [64], поэтому в литературе их так же называют волны Био первого и второго рода. Медленная волна характеризуется противофазным движением насыщающего флюида и пористой среды, а быстрая волна – синфазным [64]. Рассмотрим математическую модель распространения продольных волн в насыщенной пористой среде. Согласно классической теории [47,64], пористая среда представляется сжимаемой и полностью заполненной флюидом. Во время движения волны, насыщающая жидкость перетекает в пористой среде. Против перетекания действует сила вязкого трения в соответствии с законом Дарси. Пористая среда обладает собственным модулем упругости, отличным от модулей упругости составляющей ее

материалов и определяющихся структурой пористого материала и природой межзернового контакта.

Для общности рассмотрим одномерный случай распространения волны вдоль оси  $x$ . Система уравнений для продольных волн в линейном приближении имеет следующий вид: закон сохранения массы обеих фаз (30), баланс импульса для матрицы (31), баланс импульса для флюида (32), реологический закон для пористой матрицы (33).

$$\beta \frac{\partial p}{\partial t} - \beta_1 \frac{\partial \sigma_{eff}}{\partial t} + (1-m) \frac{\partial v_1}{\partial x} + m \frac{\partial v_2}{\partial x} = 0, \quad (30)$$

$$(1-m)\rho_{10} \frac{\partial v_1}{\partial t} + (1-m) \frac{\partial}{\partial x} p = \frac{\partial}{\partial x} \sigma_{eff} + \frac{m^2 \mu}{k} (v_2 - v_1), \quad (31)$$

$$m\rho_{20} \frac{\partial v_2}{\partial t} + m \frac{\partial}{\partial x} p = -\frac{m^2 \mu}{k} (v_2 - v_1), \quad (32)$$

$$\sigma_{eff} = K_p e_1 + \varepsilon p; K_p = K_b + \frac{4}{3}G; \varepsilon = \beta_1 K_b; \beta = (1-m)\beta_1 + m\beta_2 \quad (33)$$

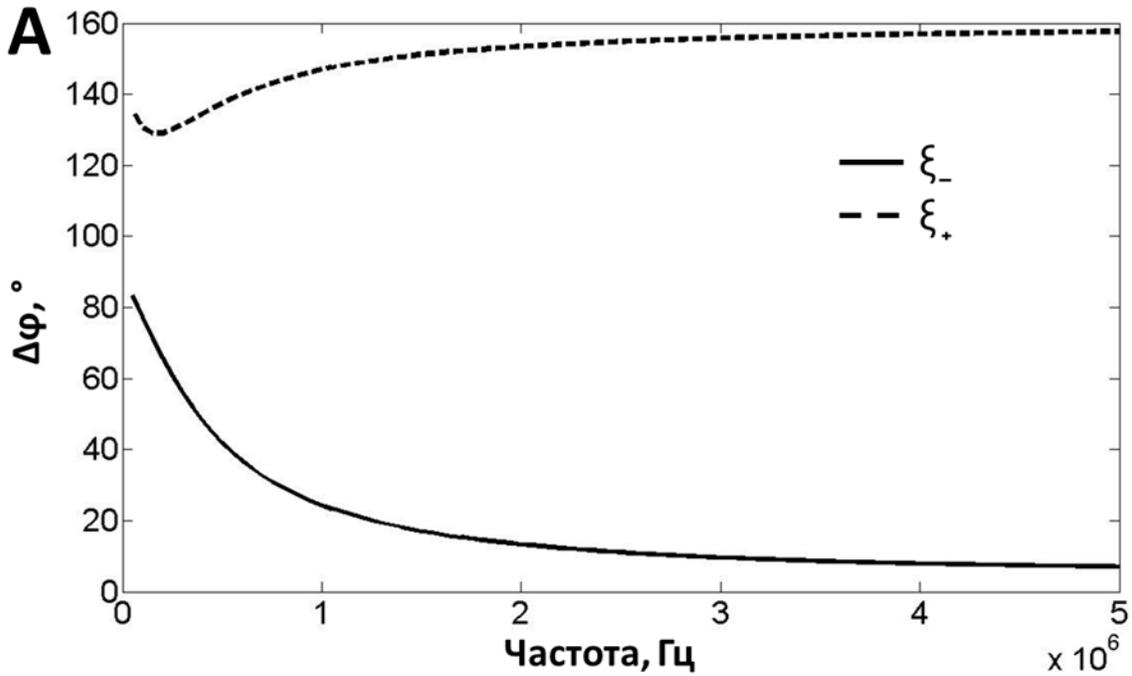
здесь индексы 1, 2 - твердая фаза и насыщающая жидкость (газ) соответственно;  $\rho_i$  - плотности фаз;  $v_i$  - массовые скорости;  $e_1$  - продольная деформация матрицы;  $\sigma_{eff}$  - эффективное напряжение Терцаги;  $p$  - давление в насыщающем флюиде;  $m$  - пористость;  $k$  - проницаемость;  $\mu$  - вязкость флюида;  $K_b$  - модуль объемной упругости пористой матрицы;  $G$  - модуль сдвига пористой матрицы;  $\beta_i$  - сжимаемости материала, составляющего пористую матрицу, и насыщающего флюида.

Если частота распространяющейся волны превышает критическую частоту Био, то есть  $\omega_c = \mu m / (k\rho_2)$ , то необходимо учитывать дополнительную корректирующую функцию [64]. Однако, как показали численные расчеты (см., например [135]), такая корректирующая функция существенна для коэффициента затухания, но слабо изменяет величину скорости. Здесь корректирующая функция не учитывается.



0.23	$2.5 \cdot 10^{-12}$	$10^{-10}$	$1.37 \cdot 10^{-11}$	2583	$2.4 \cdot 10^{-5}$	2	$2 \cdot 10^{-5}$
------	----------------------	------------	-----------------------	------	---------------------	---	-------------------

На Рис. 72А представлена зависимость  $\Delta\varphi$  от частоты. В решении  $\xi_+$  движение флюида и матрицы противоположно направлены (в окрестности рабочей частоты 1 МГц разница фаз составляет  $>140^\circ$ ), а в решении  $\xi_-$  флюид и матрица двигаются синфазно (на частоте 1 МГц разница фаз  $<30^\circ$ ). Как и ожидалось, синфазное решение  $\xi_-$  демонстрирует на Рис. 72Б и Рис. 72В высокую скорость распространения и слабое затухание, в отличие от решения  $\xi_+$ .



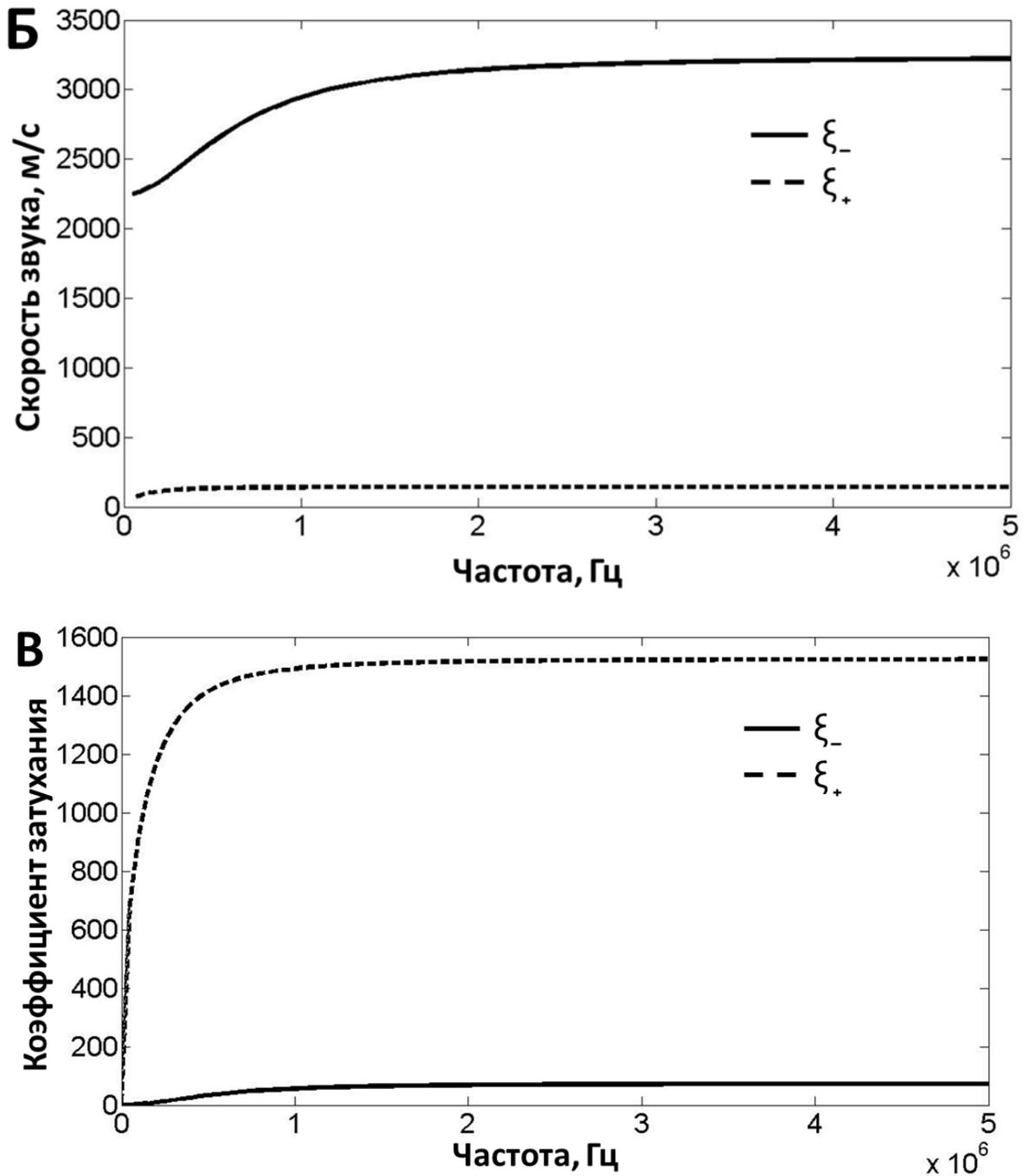


Рис. 72. Зависимости скорости, фазовой расстройки  $\Delta\varphi$  и коэффициента затухания от частоты для двух решений дисперсионного соотношения  $\xi_-$  и  $\xi_+$ .

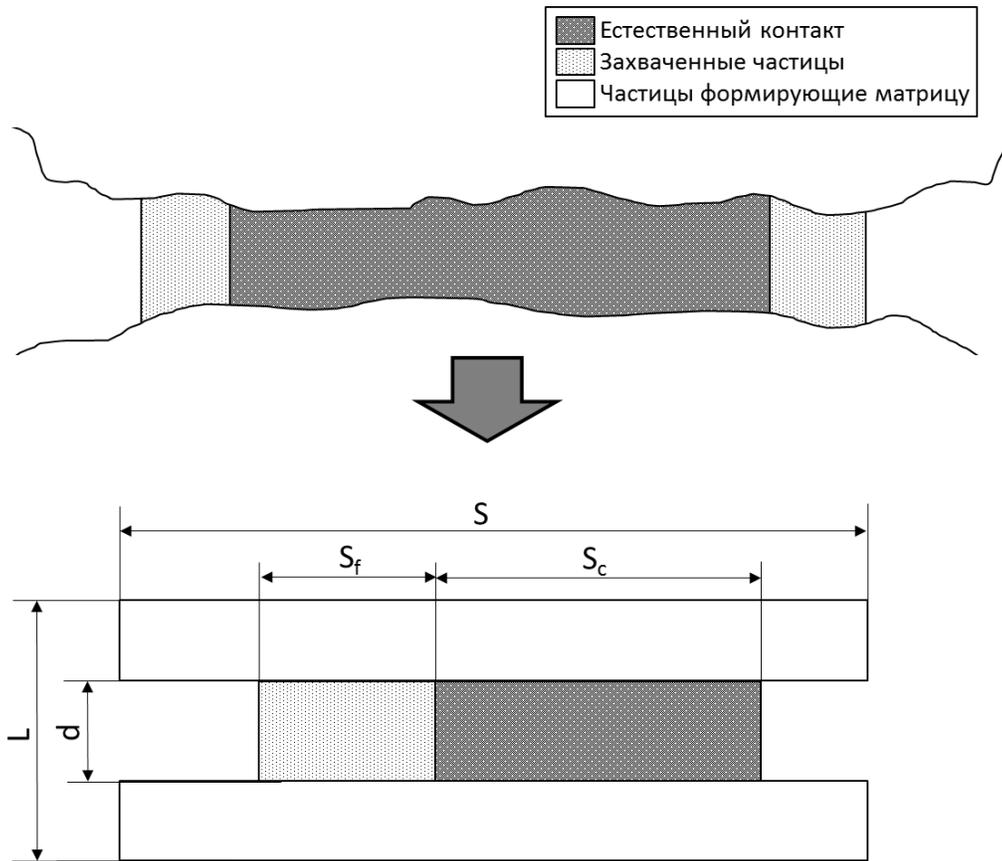
Таким образом, регистрируемая в данной работе волна соответствует решению  $\xi_-$ .

## 5.5 Количественная интерпретация профилей скорости распространения *P*-волны

Проведенные акустические исследования образцов показали, что захваченные в пористой среде частицы существенно влияют на скорость распространения *P*-волны (см. Рис. 70, Рис. 71), однако, это качественный результат. В рамках настоящей работы была предложена количественная интерпретация полученных данных с точки зрения теории Френкеля-Био-Николаевского.

Как было показано выше, в исследуемом диапазоне размеров пор и частиц, механизм захват частиц в поровых сужениях является доминирующим. В рамках предложенной интерпретации, каждая пора, в которой произошел захват, рассматривается как дополнительный межзерновый контакт с новыми свойствами, определяемыми свойствами захваченной частицы, матрицы пористой среды и механикой захвата.

Для количественной интерпретации полученных профилей была предложена простая механическая модель. В пористой среде выделены три объекта, отвечающие за ее упругие свойства: зерна, формирующие матрицу пористой среды, естественные межзерновые контакты и захваченные частицы суспензии. Для упрощения примем, что упругость матрицы определяется только межзерновыми контактами. В рамках предложенной модели, к естественному контакту относятся, как различные естественные материалы, находящиеся в области межзернового контакта, так и обычные механические связи между зернами по типу контакта Герца.



**Рис. 73. Упрощение модель пористой среды, использованная для интерпретации данных.**

На Рис. 73 сверху представлена модель контакта двух частиц в пористой среде, а снизу механическая интерпретация для элементарного участка пористой среды, согласно которой все деформации происходят только в областях контактов и на захваченных частицах. Площадь системы –  $S$ , длина –  $L$ , эффективный модуль Юнга –  $E$ . Предположим, что на верхний блок давит сила  $F$ , вызывая относительную деформацию  $\varepsilon = \delta/L$ :

$$F = ES\varepsilon \quad (37)$$

Как отмечалось выше, сжатие системы происходит на локальных участках областей захваченных частиц и эффективных областей контактов с длиной  $d$ , и площадями  $S_c$  и  $S_f$  соответственно. Тогда, вся сила будет компенсироваться на длине  $d$ , и относительной деформации  $\varepsilon_d = \frac{\delta}{d} = \frac{\varepsilon L}{d}$ , отсюда выражение (37) примет вид:

$$F = ES\varepsilon = E_f S_f \varepsilon_d + E_c S_c \varepsilon_d \quad (38)$$

$$ES\varepsilon = \frac{L}{d} (E_f S_f \varepsilon + E_c S_c \varepsilon)$$

$$E = \frac{L}{d} E_f \frac{S_f}{S} + \frac{L}{d} E_c \frac{S_c}{S}$$

где,  $E_c$  и  $E_f$  – модули Юнга областей контакта и областей захваченных частиц.

С учетом того, что образец является чистым до фильтрации и его модуль Юнга  $E_0$  определяется лишь областями контакта, то

$$E_0 = E_c \frac{L S_c}{d S} \quad (39)$$

Объем всей системы равен:

$$V_{bulk} = SL \quad (40)$$

Объем захваченный частиц равен:

$$V_f = S_f d_f \quad (41)$$

Их отношение, есть не что иное, как доля объема пористой среды, занимаемая захваченными частицами:

$$\sigma = \frac{V_f}{V_{bulk}} \quad (42)$$

Подставляя (39)-(42) в (38):

$$E = E_0 + E_f \frac{V_f}{V_{bulk}} \frac{L^2}{d^2} \quad (43)$$

$$E = E_0 + E_f \sigma \frac{L^2}{d^2}$$

Получаем выражение для зависимости модуля Юнга матрицы пористой среды от концентрации захваченных частиц в пористой среде.

Из выражения (43) следует, что модуль Юнга среды линейно зависит от доли захваченных частиц. Коэффициент пропорциональности определяется модулем упругости упаковки захваченных частиц  $E_f$  и структурными параметрами исследуемой пористой среды. Введем коэффициент влияния захваченных частиц на упругие свойства  $\alpha$ , определяющийся свойствами пористой среды и фильтруемыми частицами:

$$\alpha = E_f \sigma \frac{L^2}{d^2} \quad (44)$$

$$E = E_0 + \alpha \sigma$$

Другим механизмом влияния захваченных частиц на свойства образца пористой среды является изменение пористости.

$$m = m_0 - \sigma \quad (45)$$

Реологическая модель (33) изменится следующим образом:

$$\varepsilon = \beta_1^* K_b; \quad \beta = (1 - m_0)\beta_1 + m\beta_2 + \sigma\beta_f; \quad \beta_1^* = \frac{(1 - m_0)\beta_1 + \sigma\beta_f}{1 - m} \quad (46)$$

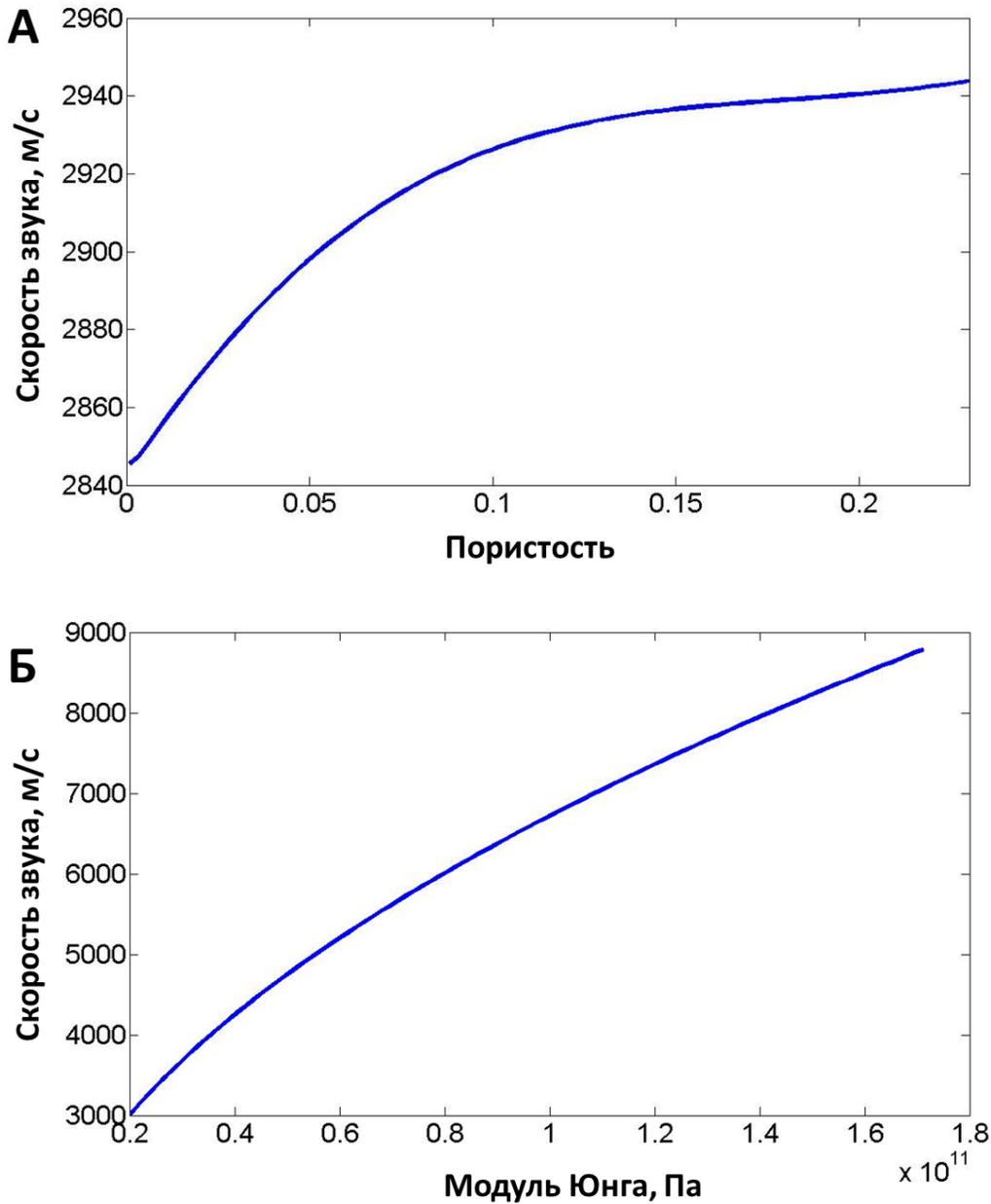
, где  $\beta_1^*$  – модифицированная сжимаемость скелета из-за изменения его композиции.

Баланс твердой фазы в пористой среде (31), с учетом того, что захваченные частицы жестко связаны со скелетом, примет следующий вид:

$$[(1 - m_0)\rho_1 + \sigma\rho_f] \frac{\partial v_1}{\partial t} + (1 - m) \frac{\partial}{\partial x} p = \frac{\partial}{\partial x} \sigma_{eff} + \frac{m^2 \mu}{k} (v_2 - v_1) \quad (47)$$

, где  $\rho_f$  – плотность проникших частиц.

Чувствительность предложенной системы уравнений от параметров пористости и модуля Юнга матрицы Рис. 74. Пористости варьировался в диапазоне  $m$  от 0 до 0.23, а модуль Юнга варьировалась от 19 ГПа, соответствующего упругости матрицы чистого песчаника, до 178 ГПа, значению модулю Юнга пористой среды с поровым пространством полностью занятым карбидом кремния ( $\sigma=0.23$ ), сжимаемость которого составляет  $\beta_f=4.5 \cdot 10^{-12} \text{ Па}^{-1}$ .



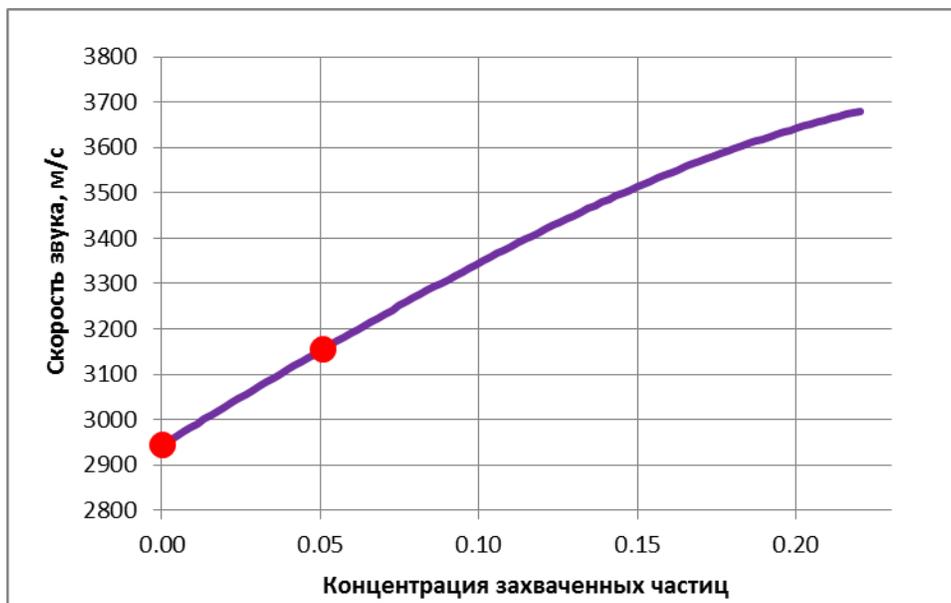
**Рис. 74. Чувствительность предложенной модели к изменениям параметров пористости (А) и Модуля Юнга (Б) из-за захвата в пористой среде частиц.**

Предложенная связь между параметрами пористой среды и объемной долей захваченных частиц позволяет рассчитать зависимость скорости распространения продольной волны от объемной доли захваченных частиц в образце.

Неизвестными параметрами являются модуль Юнга неповрежденного образца  $E_0$  и эмпирический коэффициент  $\alpha$ , входящие в выражение (44). Для получения параметра  $E_0$  использовались измерения скорости звука в образце пористой среды до

проведения фильтрации. Настройка коэффициента  $\alpha$  производилась с помощью результатов анализа рентгеновской компьютерной микротомографии в приторцевой зоне образца.

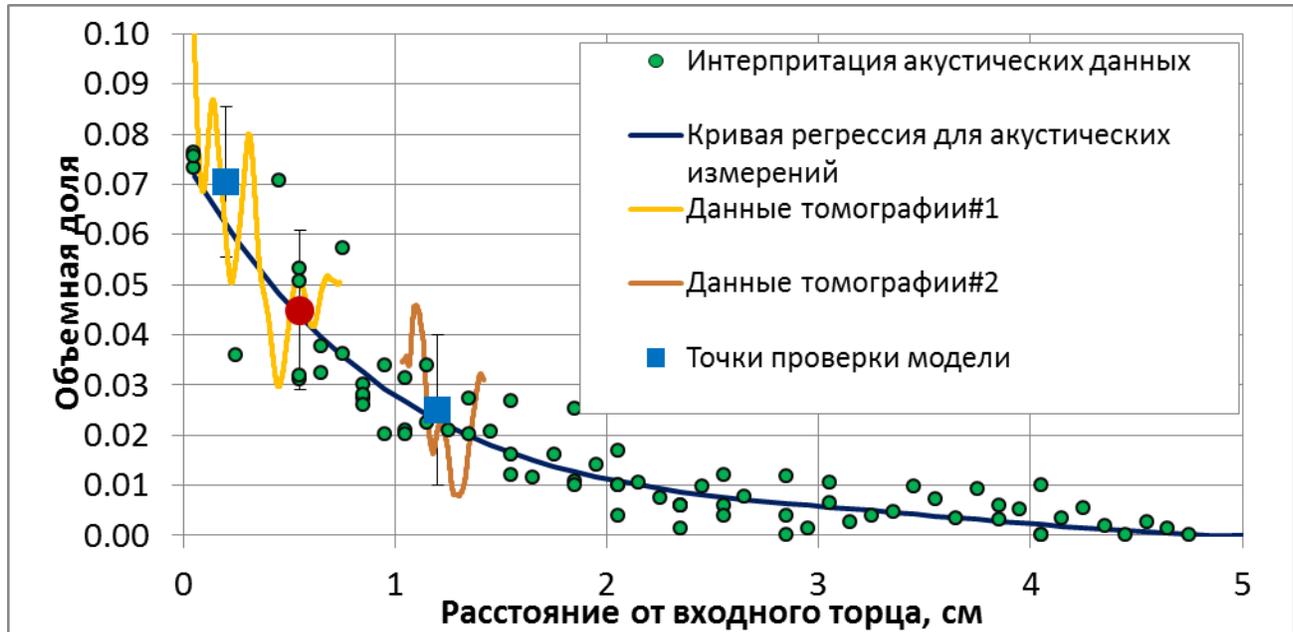
Для образца ВТ11, скорость звука в неповрежденном образце составила 2950 м/с, что соответствует модулю Юнга матрицы  $E_0 = 19.2$  ГПа. Согласно данным анализа компьютерной рентгеновской микротомографии, на расстоянии в 5 мм от входного торца образца, объемная доля захваченных частиц составила  $\sim 5\%$ . На Рис. 75 представлена настроенная по этим данным корреляция между скоростью распространения  $P$ -волны первого рода и объемной долей захваченных частиц. Красным отмечены опорные точки, по которым проводилась настройка модели. По результатам настройки параметр  $\alpha$  составил 57.6 ГПа.



**Рис. 75.** Связь между концентрацией захваченных частиц и скоростью распространения  $P$ -волны, полученная на основе теории Френкеля-Био-Николаевского. Красными точками отмечены опорные значения, по которым настраивалась кривая.

Используя зависимость, представленную на Рис. 75, профиль скорости распространения  $P$ -волны для образца ВТ11 (см. Рис. 70) пересчитан в профиль объемной доли захваченных частиц (см. результаты на Рис. 76). Синяя кривая – это кривая регрессии по всем точкам ультразвукового профилирования. Желтая кривая соответствует результатам обработки рентгеновской компьютерной

микротомографии, по которой проводилась настройка параметров интерпретации. Красным маркером отмечено осредненное значение объемной доли захваченных частиц, по которому проводилась настройка модели.



**Рис. 76. Профиль объемной доли захваченных частиц, полученный на основе ультразвукового профилирования. Желтым отмечены результаты рентгеновской компьютерной микротомографии по которым проводилась калибровка, а оранжевым – проверочной микротомографии.**

С целью проверки полученных данных, была проведена дополнительная микротомография на расстоянии от 1 см от входного торца. Результаты анализа второго сканирования представлены на графике оранжевой кривой. Второй синий маркер – осреднение данных по данным проверочной компьютерной микротомографии.

Средние значения, отмеченные точками, рассчитывались путем усреднения профилей объемной доли захваченных частиц, полученных по результатам рентгеновской компьютерной микротомографии на интервале длиной 3 мм. Шкалы ошибок, представленные на графике, соответствуют двум стандартным отклонениям на усредняемом интервале.

Кривая регрессия по точкам ультразвукового профилирования показывает хорошее соответствие с осредненным значением для проверочного профиля. Разница

в абсолютных значениях на расстоянии 1.2 мм от входного торца между значением кривой регрессии и проверочной точкой составила 0.1% порового объема.

По результатам данной проверки сделан вывод о согласовании данных объемной доли захваченных частиц, полученных с помощью интерпретации ультразвукового сканирования и анализа рентгеновской компьютерной микротомографии.

## 5.6 Заключение к главе

В рамках настоящей работы был предложен метод ультразвукового профилирования образцов для характеристики зоны кольматации. Была собрана измерительная установка для проведения ультразвукового профилирования образцов горных пород. Зафиксирован эффект влияния захваченных частиц на скорость распространения продольной волны на наборе образцов, через которые проводилась фильтрация суспензии частиц карбида кремния в полимере (Рис. 70, Рис. 67).

Для количественной интерпретации профилей скорости распространения *P*-волны была разработана механическая модель, с помощью которой получены соотношения между упругими свойствами пористой среды и объемной долей захваченных частиц суспензии. На основе теории Френкеля-Био-Николаевского и предложенных соотношений, были количественно интерпретированы результаты ультразвукового профилирования. Достоверность полученного профиля объемной доли захваченных частиц проверялась путем перекрестной проверки с результатами анализа рентгеновской компьютерной микротомографии (Рис. 76). Разница значений в контрольной точке составила 0.1% объема пористой среды.

## Глава 6. Использование полученных профилей распределения захваченных частиц для интерпретации экспериментальных данных

### 6.1 Введение

Как было отмечено в литературном обзоре, настройка модели формирования внутренней фильтрационной корки требует наличие не только гидродинамических параметров фильтрации, но и дополнительных данные, которыми могут служить измерения концентрации дисперсной фазы в фильтрате или пространственные профили объемной доли захваченных частиц вдоль образцов пористой среды. В предыдущих главах были предложены методы получения подобных профилей при фильтрации различных суспензий. Текущая глава посвящена комплексному анализу гидродинамических данных и полученных профилей объемной доли захваченных частиц с целью оценить параметры снижения проницаемости и параметры захвата частиц.

### 6.2 Гидравлическое сопротивление системы внутренней и внешней фильтрационной корок

Для анализа данных фильтрационных экспериментов удобно использовать гидравлическое сопротивление  $J$ , соответствующее отношению текущего перепада давления  $\Delta p(t)$  к текущему расходу  $q(t)$ . В общем случае суммарное гидравлическое сопротивление  $J_{\Sigma}$  складывается из гидравлических сопротивлений незагрязненной части образца ( $J_0$ ), внутренней ( $J_{int}$ ) и внешней ( $J_{ext}$ ) фильтрационных корок:

$$J_{\Sigma} = \frac{\Delta p(t)}{q(t)} = J_0 + J_{int} + J_{ext} \quad (48)$$

Рассчитаем гидравлическое сопротивление, создаваемое внешней фильтрационной коркой. Проинтегрировав уравнения роста внешней

фильтрационной корки (16) получим выражение для толщины внешней корки на произвольный момент времени  $T$ :

$$h_{mc}(T) = \frac{\alpha}{A} \int_0^T q(t) dt = \frac{\alpha}{A} Q(T) \quad ; \quad q(t) = Aw(t) \quad (49)$$

где  $q(t)$  – текущий расход;  $A$  – площадь сечения фильтрационного потока;  $Q(T)$  – накопленный объем закачки на момент времени  $T$ .

Подстановка (49) в выражение для гидравлического сопротивления внешней фильтрационной корки дает:

$$J_{ext} = \mu \frac{\alpha}{A^2} \frac{Q(T)}{k_{mc}(\Delta p)} \quad (50)$$

Если внешняя фильтрационная корка сжимаема, то, с учетом первого выражения (18) имеем:

$$\frac{J_{ext}}{(\Delta p)^\delta} = \mu \frac{\alpha}{A^2} \frac{Q(T)}{k_{mc}^0} \quad (51)$$

Как следует из (50), если гидравлическое сопротивление полностью определяется сопротивлением внешней фильтрационной корки, график  $J_\Sigma(Q)$  линеен. Данное следствие используется в некоторых методиках оценки степени засорения пористых фильтров или околоскважинной зоны пласта (см., например [82]). Если внешняя фильтрационная корка сжимаема, необходимо использовать соотношение (51).

Перейдем к анализу динамики гидравлического сопротивления внутренней фильтрационной корки. Рассмотрим два аналитических решения для распределения концентрации взвешенных частиц и доли объема пористой среды, занимаемой захваченными частицами, вдоль образца пористой среды, которые возможно получить из системы (4)-(7) используя различные выражения для кинетики захвата, реализуемые во время фильтрации, которые понадобятся для интерпретации полученных экспериментальных данных.

1. В начальный момент фильтрации:  $F(\sigma) \approx 1$ , пористость изменяется слабо ( $m \approx m_0$ ):

$$\begin{cases} m \frac{\partial C}{\partial t} + w \frac{\partial C}{\partial x} = - \frac{\partial \sigma}{\partial t} \\ \frac{\partial \sigma}{\partial t} = \lambda w C \end{cases}$$

С граничным условием, в виде постоянной концентрации дисперсной фазы на границе с пористой среды:

$$C(x = 0, t) = C_0$$

В начальный момент времени образец чистый и заполнен только флюидом:

$$\begin{cases} C(x, t = 0) = 0 \\ \sigma(x, t = 0) = 0 \end{cases}$$

Решением такой системы является [52,72,91]:

$$\sigma(x) = \begin{cases} \lambda_0 [W_{inj}(t) - xm_0] C_0 \exp(-\lambda_0 x), & \text{если } W_{inj}(t) > xm_0 \\ 0, & \text{если } W_{inj}(t) \leq xm_0 \end{cases}, \quad (52)$$

$$C(x) = \begin{cases} C_0 \exp(-\lambda_0 x), & \text{если } W_{inj}(t) > xm_0 \\ 0, & \text{если } W_{inj}(t) \leq xm_0 \end{cases}, \quad (53)$$

, где  $W_{inj}$  – объем закачки, отнесенный к площади сечения:

$$W_{inj} = \int_0^T w(t) dt = \frac{1}{A} \int_0^T q(t) dt = \frac{Q(T)}{A} \quad (54)$$

Используя решение (52) и взаимосвязь  $k(\sigma)$  в виде (12), преобразуем выражение для гидравлического сопротивления к виду:

$$J_{int} = \frac{\mu}{k_0 A} \left[ L + \beta W_{int}(t) C_0 (1 - e^{-\lambda_0 L}) - \beta m_0 C_0 \left( \frac{1 - e^{-\lambda_0 L}}{\lambda_0} - L e^{-\lambda_0 L} \right) \right] \quad (55)$$

При достаточно большом объеме закачки ( $W_{inj} \gg Lm_0$ ) решение (55) упростится:

$$J_{int} \approx \frac{\mu}{k_0 A} [L + \beta W_{int}(t) C_0 (1 - e^{-\lambda_0 L})] \quad (56)$$

Как следует из (55), гидравлическое сопротивление внутренней фильтрационной корки также пропорционально объему закачки. Однако угол наклона обычно меньше, чем в случае внешней фильтрационной корки.

Выражения (55), ) включают два эмпирических параметра: коэффициент захвата  $\lambda_0$  и коэффициент снижения проницаемости  $\beta$ . Вклад этих параметров в зависимость  $J_{int}(W_{inj})$  различен: коэффициент  $\beta$  входит в выражение в линейном виде, а коэффициент  $\lambda_0$  - находится под экспонентой.

2. Следующее аналитическое решение получено для изменения кинетики захвата, предложенное в работах [91, 67, 2], пористость изменяется слабо ( $m \approx m_0$ ):

$$F = 1 + b\sigma; \quad b > 0 \quad (57)$$

$$\begin{cases} m \frac{\partial C}{\partial t} + w \frac{\partial C}{\partial x} = - \frac{\partial \sigma}{\partial t} \\ \frac{\partial \sigma}{\partial t} = \lambda w C (1 + b\sigma) \end{cases} \quad (58)$$

С теми же граничными и начальными условиями, в виде постоянной концентрации дисперсной фазы на границе с пористой среды:

$$C(x = 0) = C_0$$

В начальный момент времени образец чистый и заполнен только флюидом:

$$\begin{cases} C(x, t = 0) = 0 \\ \sigma(x, t = 0) = 0 \end{cases}$$

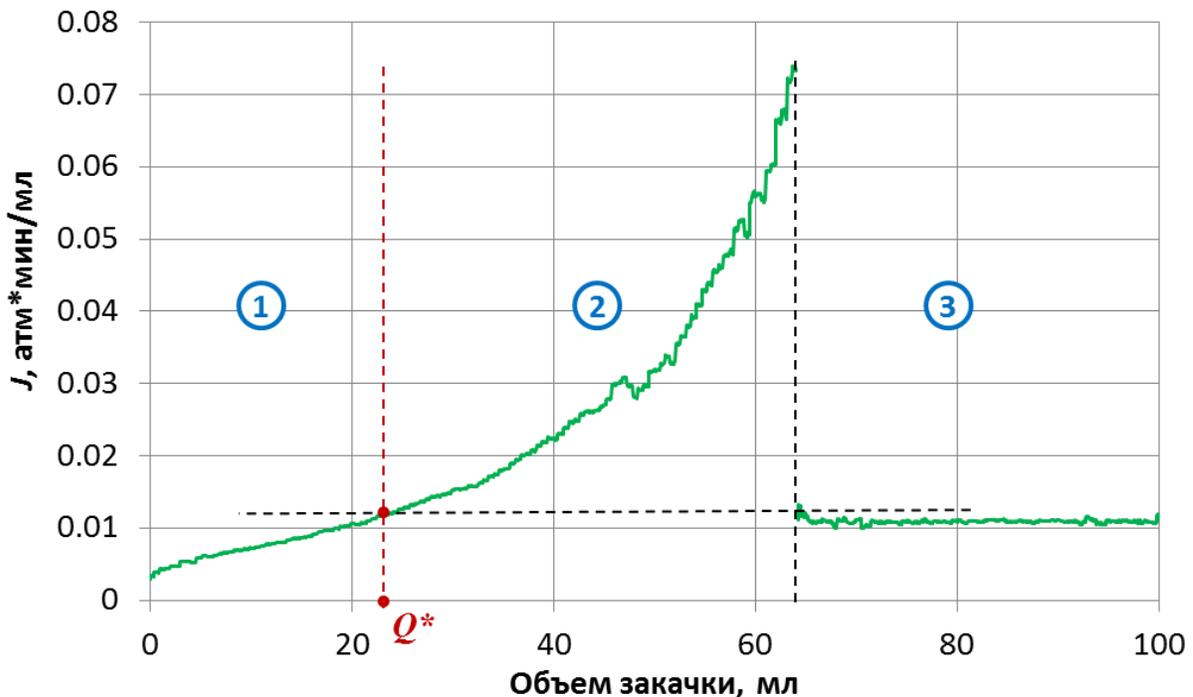
Решением такой системы является, см., например [52,72]:

$$C(x) = \begin{cases} C_0 \frac{\exp(-\lambda_0 C_0 b [W_{inj}(t) - xm_0])}{-1 + \exp(\lambda_0 x) + \exp(-\lambda_0 C_0 b [W_{inj}(t) - xm_0])}, & W_{inj}(t) > xm_0 \\ 0, & W_{inj}(t) \leq xm_0 \end{cases} \quad (59)$$

$$\sigma(x) = \begin{cases} -\frac{1}{b} \frac{1 - \exp(-\lambda_0 C_0 b [W_{inj}(t) - xm_0])}{1 - \exp(\lambda_0 x) - \exp(-\lambda_0 C_0 b [W_{inj}(t) - xm_0])}, & W_{inj}(t) > xm_0 \\ 0, & W_{inj}(t) \leq xm_0 \end{cases} \quad (60)$$

### 6.3 Исследование чувствительности модели

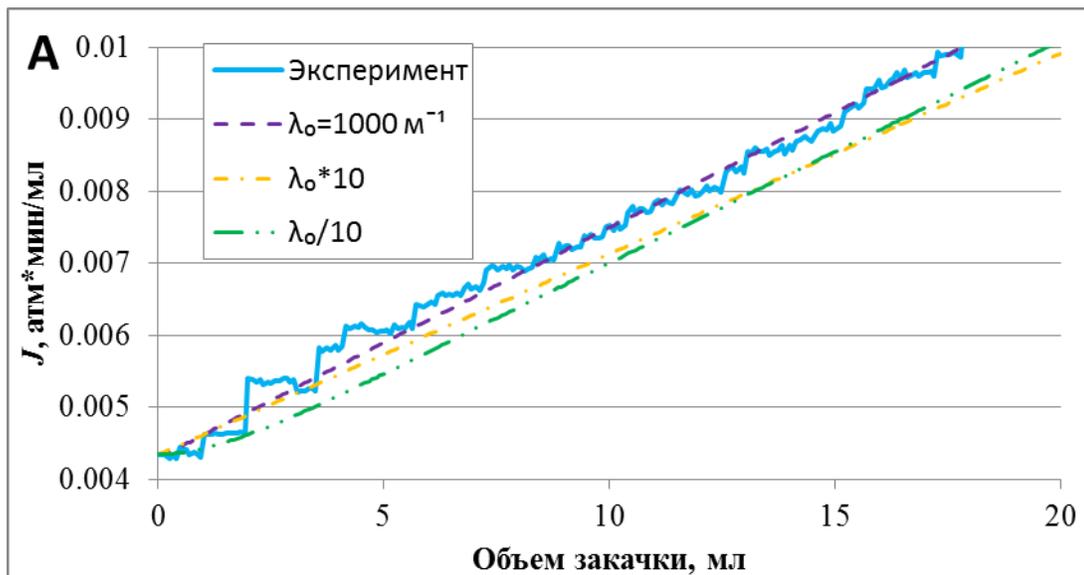
Проведем исследование результатов фильтрационных экспериментов. В качестве примера рассмотрим эксперимент по фильтрации суспензии частиц карбида кремния с концентрацией 5 г/л в рассоле NaCl 18 г/л через образец песчаника Bentheimer (BT5, проницаемость по рассолу  $k = 2900$  мД, пористость  $m_0 = 0.23$ ). На Рис. 77 представлена кривая роста гидравлического сопротивления от объема закаченной суспензии. На графике четко выделяются два близких к линейных участка, соответствующих этапам доминирования внутренней и внешней фильтрационных корок. Объем суспензии  $Q^*$ , потраченный на формирование внутренней фильтрационной корки, оценим следующим образом. Рассмотрим на Рис. 77 момент скачкообразного падения гидравлического сопротивления в начале обратной прокачки. Предложим, что внешняя фильтрационная корка разрушается практически мгновенно. Тогда величина гидравлического сопротивления в начале обратной прокачки (штриховая линия на Рис. 77) должна быть равной величине гидравлического сопротивления образца при наличии только внутренней фильтрационной корки. Данный способ дает оценку  $Q^* \approx 21 - 23$  мл, см. Рис. 77.



**Рис. 77. Динамика гидравлического сопротивления в ходе фильтрационного эксперимента. Образец – песчаник Bentheimer, загрязнитель – взвесь частиц SiC в воде. Цифрами обозначены области: 1 – формирование внутренней фильтрационной корки, 2 – формирование внешней фильтрационной корки, 3 – обратная прокачка;  $Q^*$  – объем суспензии, потраченный на формирование внутренней фильтрационной корки.**

Таким образом, были выделены три основных участка для графика на Рис. 77: 1 – этап формирования внутренней фильтрационной корки, 2 – этап формирования внешней фильтрационной корки, 3 – этап обратной прокачки.

Неизвестные параметры, входящие в выражения для гидравлических сопротивлений внутренней (55) и внешней (50) фильтрационных корок, получены путем аппроксимации соответствующих участков экспериментальных данных методом наименьших квадратов: проницаемость внешней фильтрационной корки  $0.3 \text{ mD}$ , коэффициент  $\beta = 1000$ , коэффициент захвата  $\lambda_0 \sim 1 \cdot 10^3 \text{ м}^{-1}$ .



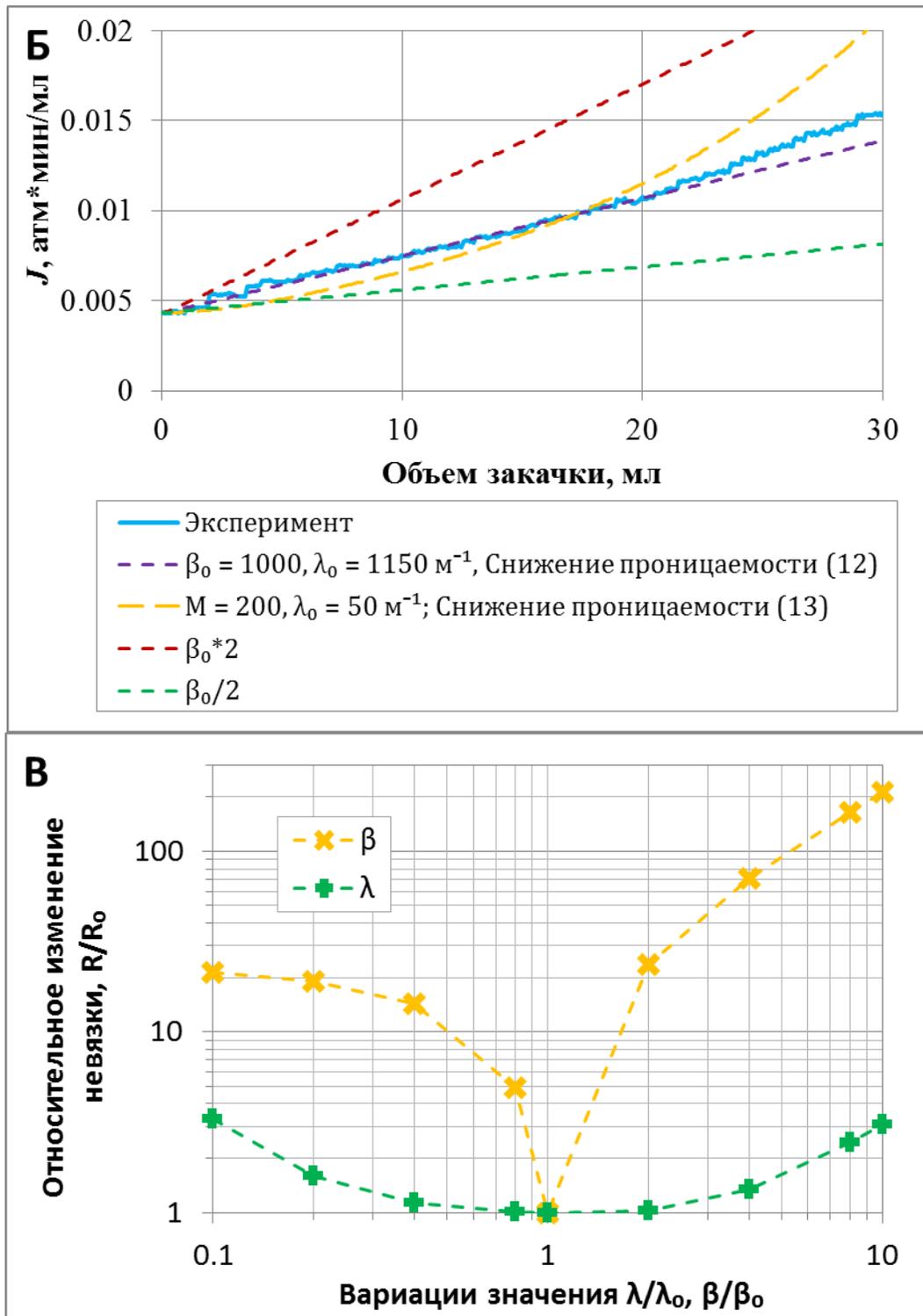


Рис. 78. Исследование чувствительности при настройке параметров решения (55) по эксперименту на образце ВТ5. На графике А показано изменение поведения кривой гидравлического сопротивления при изменения параметра  $\lambda$  в 10 раз, на графике Б – для изменения параметра  $\beta$  в 2 раза. График В в LogLog координатах показывает сравнение чувствительности к обоим параметрам.

Как показано на Рис. 78, чувствительность гидравлического сопротивления внутренней фильтрационной корки к коэффициенту захвата  $\lambda_0$  гораздо меньше, чем к коэффициенту снижения проницаемости  $\beta$ . Так, при изменении  $\lambda_0$  в 10 раз невязка меняется только в 3 раза, в то время как десятикратное уменьшение  $\beta$  приводит к росту невязки в 20 раз, а десятикратное увеличение  $\beta$  – к росту невязки более чем в 200 раз (см. Рис. 78В). На Рис. 78Б показана аппроксимация кривой роста гидравлического сопротивления с использованием выражения для снижения проницаемости (13), основанного на модели капиллярных трубок, которое тоже воспроизводит ход кривой, однако хуже чем с выражением снижения проницаемости (12) (среднеквадратичное отклонение при использовании выражения (13) составила 0.0007, а при использовании выражения (12) – 0.00015).

#### 6.4 Использование профиля объемной доли захваченных частиц для настройки параметров захвата

Для оценки коэффициента захвата рассмотрим профиль распределения частиц SiC вдоль оси фильтрации (Рис. 79, синяя сплошная линия), полученный с помощью анализа рентгеновской компьютерной микротомографии.

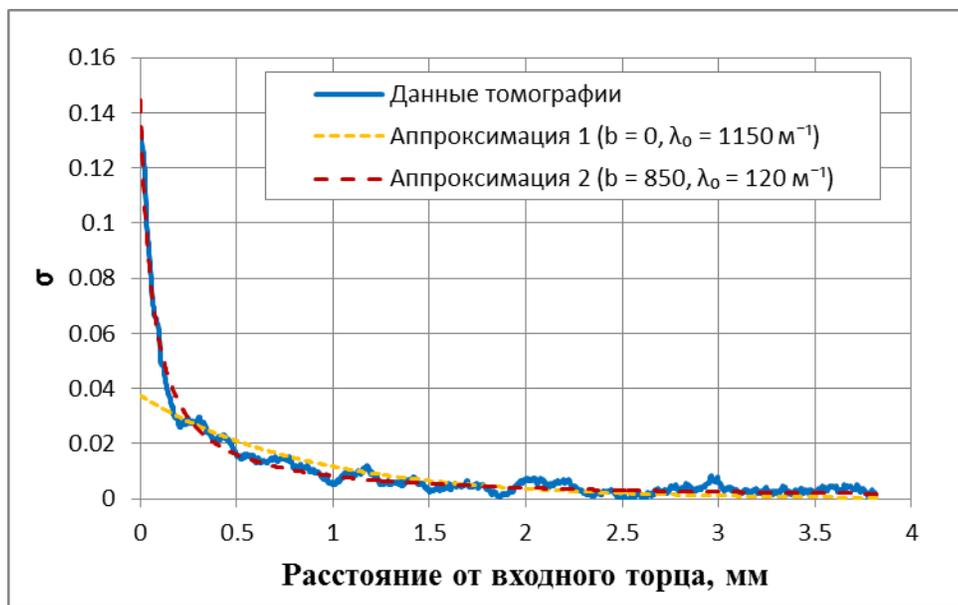
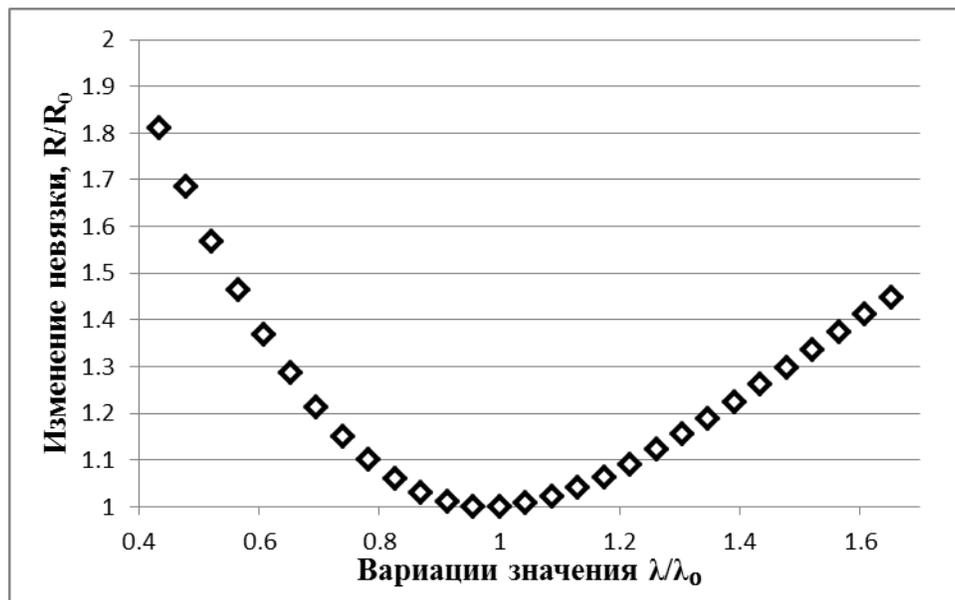


Рис. 79 Профиль распределения частиц SiC вдоль образца песчаника Benthimer, полученный с помощью рентгеновской компьютерной

**микротомографии – сплошная линия, его аппроксимация согласно (52) – желтая пунктирная линия и согласно (60) – красная пунктирная линия.**

Проведенный анализ показал, что данный профиль не может быть аппроксимирован с достаточной точностью с помощью решения (52) при  $Q^* \approx 21 - 23$  мл и заданной концентрации суспензии. Решение (52) позволяет аппроксимировать только часть профиля при  $Q^* = 17$  мл и не воспроизводит резкое изменение доли захваченных частиц вблизи входного торца образца (Рис. 79, желтая пунктирная линия). Исследование чувствительности для настройки решения (52) показало, что параметр захвата определяется однозначно (см. Рис. 80) и составил  $\lambda_0 = 1150 \text{ м}^{-1}$ .

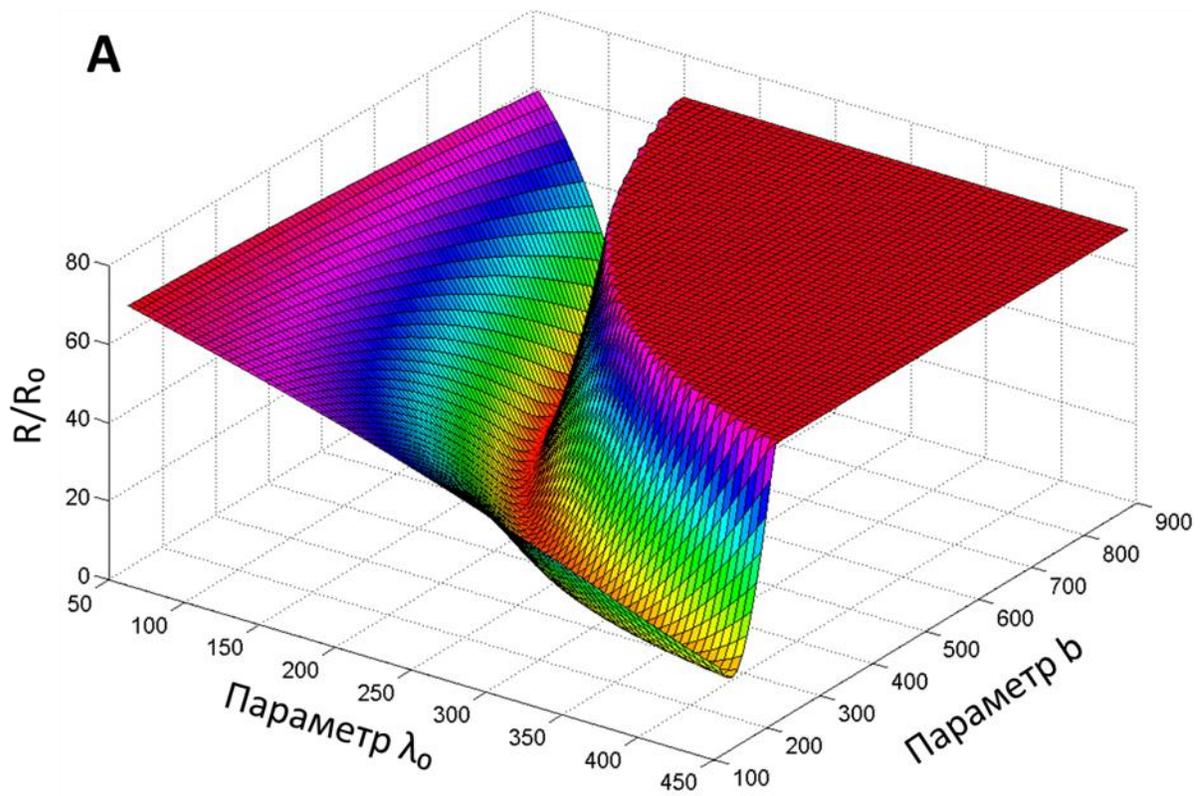


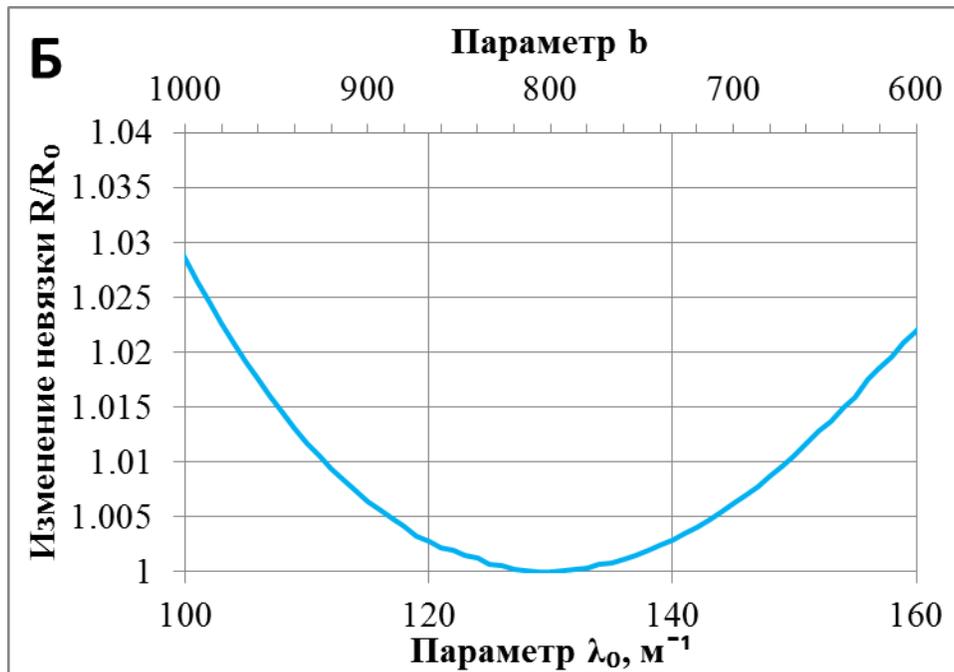
**Рис. 80. Изменение невязки при настройке параметра захвата по профилю объемной доли захваченных частиц для эксперимента на образце ВТ5.**

Для адекватной аппроксимации всего профиля при  $Q^* \approx 21 - 23$  мл введем зависимость кинетики захвата частиц от доли захваченных частиц в объеме пористой среды в виде (57). Как было показано, в таком случае существует аналитическое решение для профиля объемной доли захваченных частиц в форме (60).

Аппроксимация профиля распределения частиц SiC решением (60) с помощью метода наименьших квадратов приведена на Рис. 79, красная пунктирная линия.

Параметры аппроксимации:  $b = 840$ ,  $\lambda_0 = 125 \text{ м}^{-1}$ . Анализ чувствительности к параметрам модели представлен на Рис. 81. Поле невязок Рис. 81А обрезано сверху по уровню  $R/R_0 = 80$ . Из данного графика видно, что существует некоторая область, внутри которой невязка меньше чем на всей остальной плоскости. Для более детального разбора данного участка проведем разрез вдоль минимума на дне «ложбины» поверхности невязок с помощью параметризации вида:  $\lambda = \tau$ ,  $\beta = p(\tau)$ , где  $p$  – полином 5-ой степени.





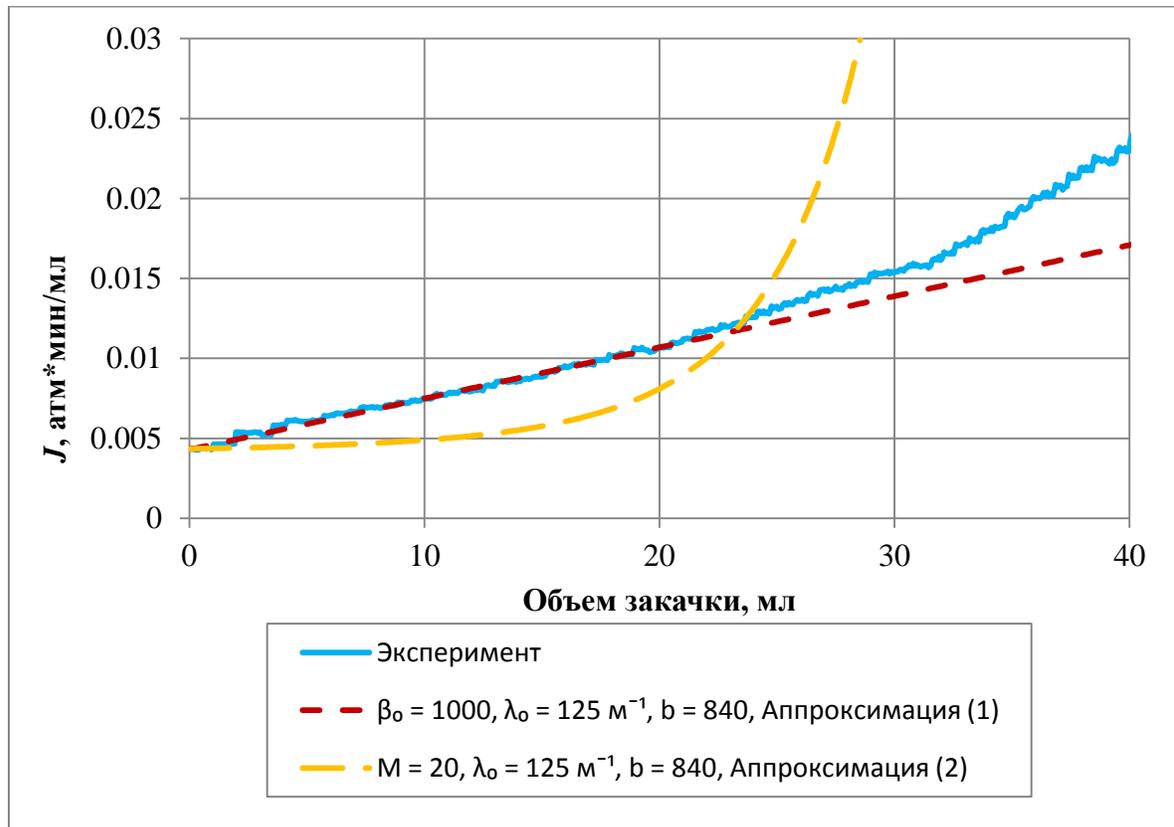
**Рис. 81. Настройка параметров захвата  $\lambda_0$  и  $b$  при аппроксимации профиля объемной доли захваченных частиц, полученного с помощью анализа рентгеновской компьютерной томографии для фильтрационного эксперимента с образцом BT5: А – поле невязок от двух параметров, Б – разрез поля невязок вдоль параметризованной «ложбины». Поле невязок обрезано по уровню невязки в  $R/R_0=80$ .**

На данном сечении видно, что на дне данной «ложбины», существует локальный минимум, соответствующий найденному решению  $b = 840$ ,  $\lambda_0 = 125 \text{ м}^{-1}$ , а значит, найденные параметры однозначно определены с помощью профиля объемной доли захваченных частиц.

Кроме оценки коэффициента захвата распределение частиц SiC вдоль образца позволяет определить величину «критической» пористости  $m_{crit}$ , при которой частицы перестают внедряться в пористую среду и отфильтровываются на входном торце - начинается формирование внешней фильтрационной корки. В описываемом эксперименте  $m_{crit} \sim 0.1 - 0.13$  (т.е.  $m_{crit} \sim 0.5m_0$ ), см. Рис. 79.

С использованием зафиксированных параметров захвата, был определён параметр снижения проницаемости  $\beta = 1000$ . На Рис. 82 приведена конечная аппроксимация, основанная на комплексном анализе данных гидравлического сопротивления и профилей объемной доли захваченных частиц. Так же показано,

что использование выражение (13) для зависимости проницаемости от объемной доли захваченных частиц не может адекватно воспроизвести динамику роста гидравлического сопротивления во время фильтрационного эксперимента.

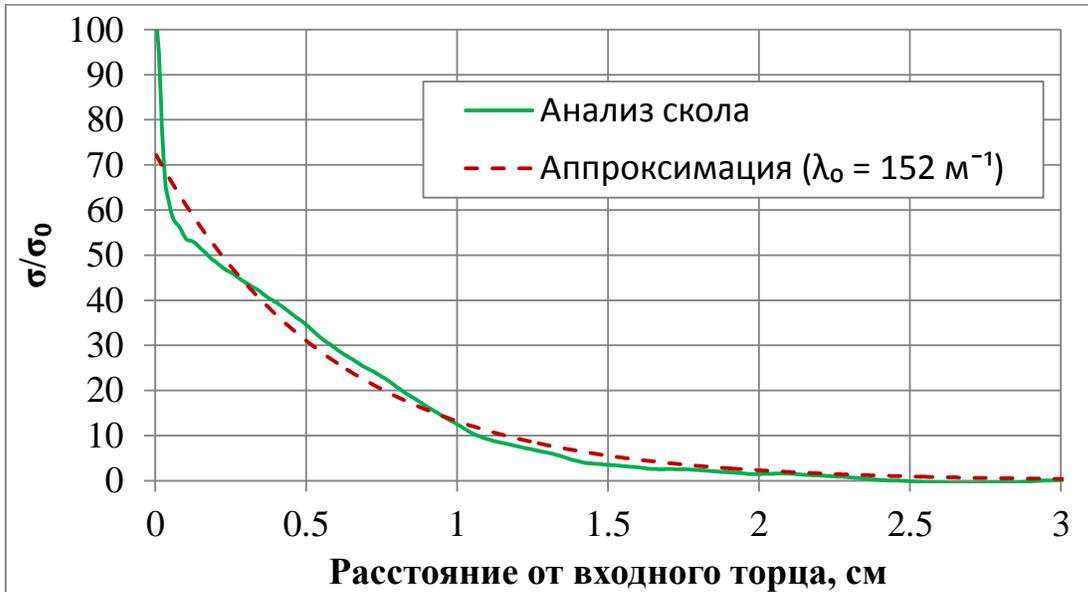


**Рис. 82.** Аппроксимация динамики гидравлического сопротивления во время фильтрационного эксперимента на образце ВТ5 при фиксированных параметрах захвата  $b = 840, \lambda_0 = 125 \text{ м}^{-1}$ , определенных по профилю объемных долей захваченных частиц.

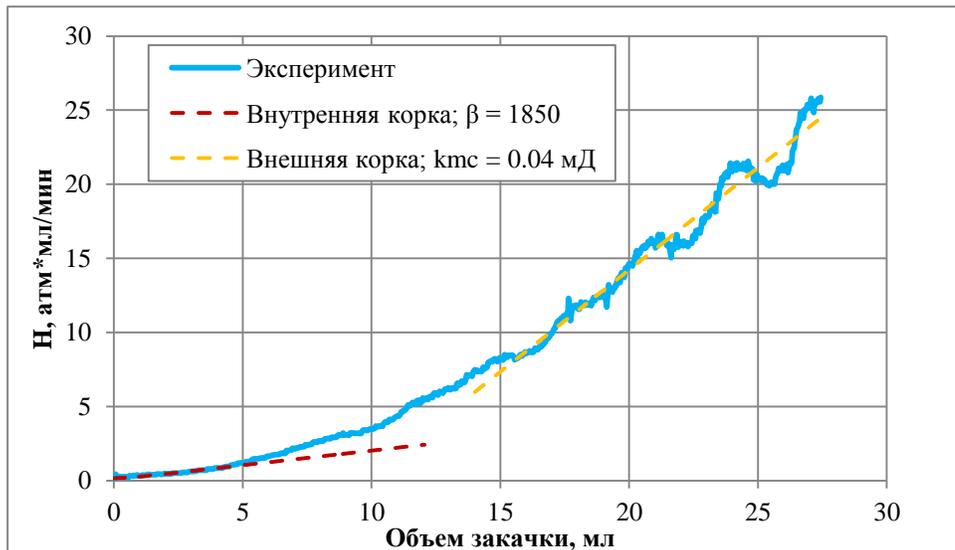
## 6.5 Настройка параметров фильтрации для экспериментов по фильтрации бентонитовой глины

Процесс настройки параметров для экспериментов с фильтрации суспензии бентонитовой глины в целом схож с предложенным в прошлом параграфе, однако есть некоторые отличия. Предложенный в главе 4 метод позволяет получить только относительное значение объемной доли захваченных частиц, а не абсолютное значение. Решение для такой задачи нужно будет искать в виде (61).

Пример полученного профиля для образца Buff Berea представлен на Рис. 83. Профиль хорошо аппроксимируется решением (52) с коэффициентом захвата  $\lambda_0 = 152 \text{ м}^{-1}$ .



**Рис. 83. Профиль распределения проникшей глины в образце песчаника Buff Berea, полученный методом анализа интенсивности цвета скола - сплошная линия, и его аппроксимация согласно (52) – пунктирная линия.**



**Рис. 84. Динамика гидравлического сопротивления образца песчаника Buff Berea в ходе закачки взвеси бентонитовой глины 10г/л (сплошная линия) и расчет гидравлического сопротивления внутренней и внешней фильтрационных корок согласно решениям (55) и (50) – пунктирные линии.**

$$\frac{\sigma(x)}{\sigma(x_0)} = \begin{cases} \frac{[W_{inj}(t) - xm_0]}{[W_{inj}(t) - x_0m_0]} \exp(-\lambda_0(x - x_0)), & \text{если } W_{inj}(t) > xm_0 \\ 0, & \text{если } W_{inj}(t) \leq xm_0 \end{cases} \quad (61)$$

Динамика гидравлического сопротивления представлена на Рис. 84. Линейные участки на экспериментальной зависимости  $J(Q)$  определяются ростом внутренней и внешней фильтрационных корок. Эти участки аппроксимированы, соответственно, решением (52) при коэффициенте снижения проницаемости  $\beta = 1850$  и решением (50) при проницаемости внешней фильтрационной корки  $k_{mc} = 0.04 \text{ mD}$  (пунктирные линии на Рис. 84). Проницаемость внешней фильтрационной корки были определены с помощью экспериментов на фильтр-прессе и согласуется с областью гидравлического сопротивления интерпретированной как рост внешней фильтрационной корки.

## 6.6 Заключение к главе

Предложен метод комплексного анализа динамики роста гидравлического сопротивления при фильтрации суспензии через образцы горных пород. Было показано, что предложенный метод позволяет корректно определить модели, описывающие процесс захвата частиц в пористой среде и изменения проницаемости от объемной доли захваченных частиц. На примере экспериментов по фильтрации суспензий бентонитовой глины и частиц карбида кремния было продемонстрирована процедура настройки параметров захвата и снижения проницаемости в проводимых экспериментах. Для фильтрации суспензии частиц карбида кремния через образец песчаника Bentheimer было показано, что корректно использовать выражения для кинетики захвата (57), параметры захвата были определены и составили  $b = 840$ ,  $\lambda_0 = 125 \text{ м}^{-1}$ , параметр изменения проницаемости составил  $\beta = 1000$ . Для эксперимента по

фильтрации бентонитовой глины, параметр захвата составил  $\lambda_0 = 152 \text{ м}^{-1}$ , а коэффициент снижения проницаемости  $\beta = 1850$ .

## Заключение

1. Для характеристики процесса коагуляции пористой среды частицами суспензии недостаточно только гидродинамических данных фильтрационных экспериментов, требуется использование дополнительных методов. В случае узкой зоны коагуляции, когда нет возможности измерять концентрацию дисперсной фазы на выходе из образца пористой среды необходимо использовать профили объемной доли захваченных частиц. Наиболее эффективным методом получения таких профилей, упоминаемым в литературе является анализ рентгеновской томографии или компьютерной томографии с использованием контрастной для рентгеновского излучения дисперсной фазы. Альтернативным методом можно назвать использование в качестве дисперсной фазы ярких, контрастных по цвету частиц, которые различимы в пористой среде и проведения анализа сколов образцов после фильтрационных экспериментов.
2. Отработана методика подготовки и проведения экспериментов с учетом специфики исследуемого процесса. Методика включает контроль свойств образцов горных пород и суспензии перед проведением фильтрационных экспериментов. Достоверность полученных результатов проверялась повторением экспериментов для анализа их воспроизводимости. Параметры формирования внешней фильтрационной корки исследовались отдельно на экспериментах с фильтр-прессом.
3. Представлен метод анализа рентгеновской компьютерной микротомографии. При удовлетворительном контрасте используемой дисперсной фазы, высокая разрешающая способность микротомографии дает возможность точно определять объемную долю пористой среды, занятую дисперсной фазой.

4. Для получения профилей распределения захваченных частиц в образце в случае использования менее контрастной для рентгеновского излучения дисперсной фазы предложен метод, основанный на окрашивании дисперсной фазы и проведении анализа распределения интенсивности цвета на фотографии скола образца после фильтрационного эксперимента. Данный метод реализован для экспериментов с суспензиями бентонитовой глины. Предложен краситель и выбрана его концентрация, при которой реологические и фильтрационные свойства исследуемых суспензий меняются незначительно. Для количественной оценки распределения частиц вдоль образца предложен алгоритм оценки изменения цвета вдоль образца.
5. Получены профили распределения частиц карбида кремния и бентонитовой глины вдоль образцов нескольких типов песчаников после проведения фильтрационных экспериментов.
6. Предложен альтернативный метод получения профилей концентрации захваченных частиц вдоль образца с помощью акустического профилирования. Создана установка, на которой был экспериментально зафиксирован эффект влияния захваченных частиц на скорость распространения продольной волны в образцах исследуемых пористых сред. Измерены профили скорости распространения продольной акустической волны для образцов после закачки суспензии частиц карбида кремния, предложена модель, связывающая скорость распространения акустических волн и объёмную долю захваченных частиц. Достоверность метода проверена путем сопоставления полученных концентраций захваченных частиц с данными рентгеновской компьютерной микротомографии. Отличие в контрольной точке составило  $\sim 0.1\%$  объёмной доли.
7. Предложен метод, по которому определяется объём суспензии, потраченный на формирование внутренней фильтрационной корки, затем, используя полученный объём и профили распределения захваченных частиц определяются параметры кинетики захвата частиц, и, с фиксированными параметрами захвата, по данным динамики гидравлического сопротивления оцениваются параметры снижения

проницаемости. На примере экспериментов с фильтрацией суспензий карбида кремния и бентонитовой глины были получены искомые параметры процесса кольтматации.

8. В рамках настоящей работы, предложены методы количественной оценки объемной доли захваченной дисперсной фазы в образцах горных пород, проведена интерпретация фильтрационных экспериментов с использованием гидродинамических данных и профилей объемной доли захваченных частиц.

## Список используемой литературы

1. Баренблатт Г. И., Ентов В. М., Рыжик В. М. Движение жидкостей и газов в природных пластах. – М.: Недра. – 1984. – 207 с.
2. Басниев К.С., Кочина И.Н., Максимов В.М. Подземная гидромеханика. М. Недра. – 1993. – 416 с.
3. Васин С. И., Филиппов А. Н. Проницаемость сложнопористых сред //Коллоидный журнал. – 2009. – Т. 71. – №. 1. – С. 32-46.
4. Васин С. И., Филиппов А. Н. Теория фильтрации растворов неэлектролитов через бипористую мембрану с учетом кинетики забивки пор. //Коллоид. ж.. 2004. – Т. 66. – № 3. – с. 299-304.
5. Васин С. И., Филиппов А. Н. Ячеечные модели течений в концентрированных средах, состоящих из жестких непроницаемых цилиндров, покрытых пористым слоем //Коллоидный журнал. – 2009. – Т. 71. – №. 2. – С. 149-163.
6. Васин С. И., Филиппов А. Н., Шерышева Е. Е. Ячеечная модель бипористой среды (мембраны) //Коллоидный журнал. – 2011. – Т. 73. – №. 3. – С. 297-302.
7. Грей Д. Р., Дарли Г. С. Г. Состав и свойства буровых агентов (промывочных жидкостей) //Недра. – 1985. – С. 509
8. Григоращенко Г.И. et al. Применение полимеров в добыче нефти. – М.: Недра. – 1978. – 213 с.
9. Д.Н. Михайлов, Н.И. Рыжиков, В.В. Шако «Комплексный экспериментальный подход для определения влияния проникших компонентов бурового раствора на изменения свойств призабойной зоны» //тезисы конференции «Геофизические исследования в процессе добычи и освоения скважин. Интеллектуальные скважины». – 2014.

10. Димов С.В., Кузнецов В.В., Рудяк В.Я., Тропин Н.М. Экспериментальное изучение фильтрации микросуспензии в высокопроницаемой пористой среде. //Механика Жидкости и Газа. – 2012. – №2. – С.47-56.
11. Дмитриев Н. М., Максимов В. М. Определяющие уравнения двухфазной фильтрации в анизотропных пористых средах //Механика жидкости и газа. – 1998. – №. 2. – С. 87-94.
12. Добрынин В. М., Вендельштейн Б. Ю., Кожевников Д. А. Петрофизика (физика горных пород). – М. : Изд-во Нефть и газ. – 2004. – 368 с.
13. Заявка на патент РФ № 2013156000 «Способ определения изменений параметров пористой среды под действием загрязнителя», подана 18.12.2012
14. Заявка на патент РФ № 2013157415 «Способ определения распределения и профиля загрязнителя в пористой среде», подана 25.12.2013
15. Заявка на патент РФ № 2013157418 «Способ определения изменения свойств околоскважинной зоны пласта-коллектора под воздействием бурового раствора», подана 25.12.2013
16. Кадет В.В. Методы теории перколяции в подземной гидромеханике. – М.: ЦентрЛитНефтеГаз, –2008. – 96 с.
17. Коллинз Р. Течение жидкостей через пористые материалы: Пер. с англ. – М.: Мир, – 1964. – 350 с.
18. Кочина И.Н., Михайлов Н.Н. Гидродинамическое исследование изменения физических свойств в системе глинистая корка – пласт. //Изв. Вузов. Сер. Нефть и газ. – 1979. – № 2. – С. 45-50.
19. Крылов В.И., Крецул В.В. Методическое указание по выбору промывочных жидкостей для вскрытия продуктивных пластов. – М.: РГУ нефти и газа им. Губкина. – 2002. – С. 45.
20. Леонтьев Н.Е. Основы теории фильтрации. – М.: Изд-во ЦПИ при механико-математическом факультете МГУ. – 2009. – С. 24-29. – 88 с.

21. Михайлов Д. Н. Различие продольных волн Френкеля-Био в водонасыщенной и газонасыщенной пористых средах // Известия Российской академии наук. Механика жидкости и газа. – 2006. – №. 1. – С. 121-130.
22. Михайлов Д.Н., Рыжиков Н.И., Шако В.В. Комплексный экспериментальный подход к определению кинетики кольтматации пористых сред // Нефтяное Хозяйство, принят в печать.
23. Михайлов Д.Н., Рыжиков Н.И., Шако В.В. Комплексный экспериментальный подход к определению параметров зоны кольтматации продуктивных пластов // Вестник ЦКР РОСНЕДРА – 2014. – №1.
24. Михайлов Д.Н., Рыжиков Н.И., Шако В.В. Комплексный экспериментальный подход к определению параметров проникновения и захвата компонентов бурового раствора и сопутствующего изменения проницаемости породы коллектора // труды РГУ им. Губкина. – 2013. – №4.
25. Михайлов Н.Н. Изменение физических свойств горных пород в околоскважинных зонах. – М.: Недра. – 1987. – 152 с.
26. Мищенко И. Т. Скважинная добыча нефти. – М. : Нефть и газ. – 2003.– 816 с.
27. Никаньшин Д.П. Никифоров А.И. Моделирование переноса частиц различного размера двухфазным фильтрационным потоком // ИФЖ, 2000. – Т. 73. – № 3. – С. 497-500.
28. Никифоров А.И., Никаньшин Д.П. Моделирование переноса твердых частиц фильтрационным потоком // ИФЖ, 1998. – Т. 71. – № 6. – С. 971-975.
29. Николаевский В.Н. Геомеханика и флюидодинамика. – М.: Недра, – 1996. – 447 с.
30. Николаевский В.Н., Басниев К.С., Горбунов А.Т., Зотов Г.А. Механика пористых насыщенных сред. – М.: Недра. – 1970. – 335 с.
31. Орнатский Н. В., Сергеев Е. М., Шехтман Ю. М. Исследование процесса кольтматации песков. – М.: Изд-во МГУ. – 1955.

32. Патент PCT № PCT/RU2011/000378 «A method for determination of spatial distribution and concentration of contrast components in a porous or / and heterogeneous sample», заявка подана 31.05.2011
33. Патент РФ № 2013135670 «Способ прогнозирования изменения свойств призабойной зоны пласта под воздействием бурового раствора», выдан 30.05.2014
34. Патент РФ № 2467315 «Способ определения пространственного распределения и концентрации глины в образце керна», выдан 23.06.2012
35. Полубаринова-Кочина П. Я. Теория движения грунтовых вод. – М.: Наука. – 1977. – 664 с.
36. РД 39-2-645-81 Методика контроля параметров буровых растворов. Министерство нефтяной промышленности. – ВНИИКРНЕФТЬ. – 1981.
37. Рейнер М. Реология: Пер. с англ. – Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит.– 1965.
38. Ромм Е.С. Структурные модели порового пространства горных пород. Л.: Недра. – 1985. – 240 с.
39. Рыжиков Н.И. Экспериментальное исследование структуры зоны кольматации и кинетики ее формирования //тезисы 68-ой международной молодежной конференции «Нефть и Газ 2014». – 2014.
40. Рыжиков Н.И., Михайлов Д.Н. Комплекс экспериментальных методов для определения параметров захвата частиц и снижения проницаемости при фильтрации суспензии через пористую среду //тезисы 56-й научной конференции МФТИ – 2013.
41. Рыжиков Н.И., Михайлов Д.Н. Расчет профилей твердых компонент пористого образца с помощью рентгеновской томографии //тезисы 53-й научной конференции МФТИ. – 2010.
42. Рыжиков Н.И., Михайлов Д.Н. Экспериментальное исследование динамики захвата частиц и сопутствующего ухудшения проницаемости при фильтрации

суспензии через пористую среду //тезисы XX конференции «Губкинские чтения». – 2013.

43. Рыжиков Н.И., Михайлов Д.Н., Метод расчета профилей распределения пористости и объемных долей материалов в пористой среде с помощью анализа данных рентгеновской микротомографии //тезисы 54-й научной конференции МФТИ. – 2011
44. Рыжиков Н.И., Михайлов Д.Н., Шако В.В. Метод расчета профилей распределения пористости и объемных долей материалов в пористой среде с помощью анализа данных рентгеновской микротомографии //труды МФТИ. – 2013. – Т. 5. – № 4(20).
45. Селяков В. И., Кадет В. В. Перколяционные модели процессов переноса в микронеоднородных средах //М.: Недра. – 1995. – С. 224.
46. Филиппов А.Н., Иксанов Р.Х. Математическое моделирование микрофильтрации полидисперсной суспензии на гетерогенных мембранах //Мембраны и мембранные технологии. – 2012. – Т. 2. – № 2. – С. 92-98.
47. Френкель Я. И. К теории сейсмических и сейсмоэлектрических явлений во влажной почве //Изв. АН СССР. Сер. геогр. и геофиз. – 1944. – Т. 8. – №. 4. – С. 133-149.
48. Худжаеров Б.Х. (1994). Модель многокомпонентной кольматационно-суффозионной фильтрации. Инженерно-физический журнал. – 1994. – Т. 64. – № 4.
49. Хужаеров Б.Х. Модель фильтрации суспензии с учетом кольматации и суффозии //Инж.-физ. журн. – 1992. – Т. 63. – С. 72-79.
50. Хужаеров Б.Х. Фильтрование суспензий с образованием несжимаемого осадка и заполнением пор фильтра твердыми частицами //Инженерно-физический журнал. – 2011. – Т. 84. – №. 6.
51. Чарный И. А. Подземная гидрогазодинамика. - М.: Гостоптехиздат. –1963. – 396 с.

52. Шехтман Ю. М. Фильтрация малоконцентрированных суспензий. – Изд-во Академии наук СССР. – 1961.
53. Щелкачев В.Н., Лапук Б.Б. Подземная гидравлика. – М.-Л.: Гостоптехиздат. – 1949.
54. Abrams A. et al. Mud design to minimize rock impairment due to particle invasion //Journal of petroleum technology. – 1977. – Т. 29. – №. 05. – С. 586-592.
55. Al-Abduwani F. A. H. et al. Filtration of micron-sized particles in granular media revealed by x-ray computed tomography //Review of scientific instruments. – 2005. – Т. 76. – №. 10. – С. 103-104.
56. Al-Abduwani F. A. H. et al. Formation Damage vs. Solid Particles Deposition Profile during Laboratory Simulated PWRI //SPE Journal. – 2005. – Т. 10. – №. 02. – С. 138-151.
57. Ali M. A. J. et al. Measurement of the particle deposition profile in deep-bed filtration during produced water re-injection //SPE Middle East Oil and Gas Show and Conference. – Society of Petroleum Engineers, 2005.
58. Alvarez A. C. et al. The inverse problem of determining the filtration function and permeability reduction in flow of water with particles in porous media //Transport in Porous Media. – 2007. – Т. 70. – №. 1. – С. 43-62.
59. Alvarez A. C. Inverse problems for deep bed filtration in porous media //Department of Fluid Dynamics. PhD thesis, Instituto Nacional de Matemática Pura e Aplicada (IMPA), Rio de Janeiro, Brazil. – 2005.
60. Bai R., Tien C. Effect of deposition in deep-bed filtration: determination and search of rate parameters //Journal of colloid and interface science. – 2000. – Т. 231. – №. 2. – С. 299-311.
61. Bedrikovetsky P. et al. Characterisation of deep bed filtration system from laboratory pressure drop measurements //Journal of Petroleum Science and Engineering. – 2001. – Т. 32. – №. 2. – С. 167-177.

62. Bedrikovetsky P. et al. Damage characterization of deep bed filtration from pressure measurements //SPE production & facilities. – 2003. – T. 18. – №. 02. – C. 119-128.
63. Bedrikovetsky P. G. et al. Well-History-Based Prediction of Injectivity Decline in Offshore Waterfloods //SPE Latin American and Caribbean Petroleum Engineering Conference. – Society of Petroleum Engineers, 2005.
64. Biot M. A. Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. I. Low-frequency range //The Journal of the Acoustical Society of America. – 1956. – T. 28. – №. 2. – C. 168-178.
65. Biot M. A. Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. II. Higher frequency range //The Journal of the Acoustical Society of America. – 1956. – T. 28. – №. 2. – C. 179-191.
66. Bodi T. et al. Interpretation of displacement data obtained from unsteady-state radial fluid flow systems //13th European Symposium on Improved Oil Recovery. – 2005.
67. Boek E. S., Hall C., Tardy P. M. J. Deep bed filtration modelling of formation damage due to particulate invasion from drilling fluids //Transport in porous media. – 2012. – T. 91. – №. 2. – C. 479-508.
68. Bouhroum A. et al. A study of particulates migration in gravel pack //SPE Formation Damage Control Symposium. – Society of Petroleum Engineers. – 1994.
69. Carman P. C. Permeability of saturated sands, soils and clays //The Journal of Agricultural Science. – 1939. – T. 29. – №. 02. – C. 262-273.
70. Chenevert M. E. et al. A model for filtration of water-base mud during drilling: determination of mudcake parameters //Petrophysics. – 2001. – T. 42. – №. 03.
71. Childs E. C., Collis-George N. The permeability of porous materials //Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences. – 1950. – T. 201. – №. 1066. – C. 392-405.
72. Civan F. Reservoir Formation Damage Fundamentals //Modeling, Assessment and Mitigation. – 2007. – T. 2.

73. Darcy H. Les fontaines publiques de la ville de Dijon. Ed. Victor Dalmont. – Paris: 1856.
74. de Zwart B. R. et al. Experimental and Theoretical Investigation of Clogging Processes Near Production Wells Using X Ray Tomography //SPE Annual Technical Conference and Exhibition. – Society of Petroleum Engineers. – 2008.
75. Deb A. K. Theory of sand filtration //Journal of the Sanitary Engineering Division-ASCE. – 1969. – T. 95. – №. SA3. – C. 399-422.
76. Dinariev O.Yu., Mikhailov D.N. Basics of mesoscale theory for porous materials. – Moscow: Publishing house Nedra. – 2012.
77. Ding Y. et al. Modelling of Both Near-Wellbore Damage and Natural Cleanup of Horizontal Wells Drilled With a Water-Based Mud //International Symposium and Exhibition on Formation Damage Control. – Society of Petroleum Engineers. – 2002.
78. Doane R. D. et al. Special core analysis designed to minimize formation damage associated with vertical/horizontal drilling applications //Journal of Canadian Petroleum Technology. – 1999. – T. 38. – C. 35-45.
79. Duan Q. Y., Gupta V. K., Sorooshian S. Shuffled complex evolution approach for effective and efficient global minimization //Journal of optimization theory and applications. – 1993. – T. 76. – №. 3. – C. 501-521.
80. Duclos-Orsello C., Li W., Ho C. C. A three mechanism model to describe fouling of microfiltration membranes //Journal of Membrane Science. – 2006. – T. 280. – №. 1. – C. 856-866.
81. Dullien F. A. L. New network permeability model of porous media //AIChE Journal. – 1975. – T. 21. – №. 2. – C. 299-307.
82. Eylander J. G. R. Suspended solids specifications for water injection from coreflood tests //SPE reservoir engineering. – 1988. – T. 3. – №. 4. – C. 1287-1294.
83. Fischer K. M. et al. Calculation of permeability coefficients of soils and marine sediments //Environmental Software. – 1990. – T. 5. – №. 1. – C. 29-37.

84. Fogler H. S., Vaidya R. N. Colloid ally induced fines migration in porous media //Physical Chemistry of Colloids and Interfaces in Oil Production: Proceedings of the 6th IFP Exploration and Production Research Conference, Held in Saint-Raphaël, September 4-6, 1991. – Editions TECHNIP, 1992. – T. 49. – C. 353.
85. Fordham E. J. et al. Dynamic NMR imaging of rapid depth filtration of clay in porous media //AIChE journal. – 1991. – T. 37. – №. 12. – C. 1900-1903.
86. Gabova A.V., Belyakov G.V., Baryshnikov N.A., Tairova A.A., Filippov A.N. / Theoretical and Experimental Study of Aqueous Suspension Filtration through Model of a Porous Medium.// Int. Conf. Ion transport in organic and inorganic membranes. Krasnodar, KSU. – 2013. – Conference Proceeding. – C. 79-81.
87. Gonzalez R.C., Woods R.E. Digital Image Processing – Addison-Wesley Pub. 1992 – 730 c.
88. Guo H., Aziz N. I., Schmidt L. C. Rock fracture-toughness determination by the Brazilian test //Engineering Geology. – 1993. – T. 33. – №. 3. – C. 177-188.
89. Heertjes P. M., Lerk C. F. The Function of Deep Bed Filters //Institute of Chemical Engineering. – T. 129. – C. 1967.
90. Hermia J. Constant pressure blocking filtration law application to powder-law non-Newtonian fluid //Trans. Inst. Chem. Eng. – 1982. – T. 60. – C. 183-187.
91. Herzig J. P., Leclerc D. M., Goff P. L. Flow of suspensions through porous media— application to deep filtration //Industrial & Engineering Chemistry. – 1970. – T. 62. – №. 5. – C. 8-35.
92. Hildebrand T., Rügsegger P. A new method for the model-independent assessment of thickness in three-dimensional images //Journal of microscopy. – 1997. – T. 185. – №. 1. – C. 67-75.
93. Ho C. C., Zydney A. L. A combined pore blockage and cake filtration model for protein fouling during microfiltration //Journal of Colloid and Interface Science. – 2000. – T. 232. – №. 2. – C. 389-399.

94. Iritani E. A Review on Modeling of Pore-Blocking Behaviors of Membranes During Pressurized Membrane Filtration //Drying Technology. – 2013. – T. 31. – №. 2. – C. 146-162.
95. Iscan A. G., Kok M. V., Civan F. Investigation of porosity and permeability impairment in sandstones by X-ray analysis and simulation //Energy Sources, Part A. – 2009. – T. 31. – №. 5. – C. 387-395.
96. Ives K. J. Simplified Rational Analysis of Filters //Proc. Inst. Civ. Eng. – 1960. – T. 16. – C. 189.
97. Ives K. J. Theory of filtration: special subject. – International Water Supply Association. – 1969.
98. Ives K. J., Pienvichitr V. Kinetics of the filtration of dilute suspensions //Chemical Engineering Science. – 1965. – T. 20. – №. 11. – C. 965-973.
99. Iwasaki T., Slade J. J., Stanley W. E. Some notes on sand filtration //Journal (American Water Works Association). – 1937. – C.1591-1602.
100. Jamankulov T. Experimental investigation of the conformance of deep bed filtration using computed tomography technique – MSc thesis, Faculty of Geotechnology. Delft University of Technology. Delft. – 2005.
101. Jiao D. et al. Formation damage due to static and dynamic filtration of water-based muds //SPE Formation Damage Control Symposium. – Society of Petroleum Engineers. – 1992.
102. Kau S. M., Lawler D. F. Dynamics of deep-bed filtration: velocity, depth, and media //Journal of environmental engineering. – 1995. – T. 121. – №. 12. – C. 850-859.
103. Khan M. A. et al. A non-destructive method for mapping formation damage //Ultrasonics. – 2001. – T. 39. – №. 5. – C. 321-328.
104. Kobayashi Y. et al. Evaluation of Porosity in Geomaterials Treated with Biogrout Considering Partial Volume Effect //Advances in Computed Tomography for Geomaterials: GeoX 2010. – 2010. – C. 287-294.

105. Kozeny J. Über kapillare Leitung des Wassers im Boden:(Aufstieg, Versickerung und Anwendung auf die Bewässerung). – Hölder-Pichler-Tempsky. – 1927.
106. Kuwahara M. et al. Processing of RI-angiocardigraphic images //Digital Processing of Biomedical Images. – Springer US. – 1976. – C. 187-202.
107. Longeron D. G., Alfenore J., Poux-Guillaume G. Drilling fluids filtration and permeability impairment: Performance evaluation of various mud formulations //SPE annual technical conference. – 1998. – C. 237-251.
108. Longeron D., ARGILLIER J. F., Audibert A. An integrated experimental approach for evaluating formation damage due to drilling and completion fluids //European formation damage control conference. – 1995. – C. 117-131.
109. Mackrle V., Dracka O., Svec J. Hydrodynamics of the disposal of low level liquid radioactive wastes in soil //International Atomic Energy Agency Contract Report. – 1965. – №. 98.
110. Marchesin D. et al. The inverse problem of determining filtration function and permeability reduction in porous media //XXV CILAMCE. Iberian Latin American Congress on Computational Methods. Recife, Brasil. – 2004.
111. Maroudas A., Eisenklam P. Clarification of suspensions: a study of particle deposition in granular media: Part II—A theory of clarification //Chemical Engineering Science. – 1965. – T. 20. – №. 10. – C. 875-888.
112. Marshall T. J. A relation between permeability and size distribution of pores //Journal of Soil Science. – 1958. – T. 9. – №. 1. – C. 1-8.
113. Mehter A. A. Filtration in deep beds of granular activated carbon. – PhD Thesis: Syracuse University. – 1970.
114. Mehter, A.A., Turian, R.M., Tien. Filtration in Deep Beds of Granular Activated Carbon. – Research Report No. 70-3, FWPCA Grant No.17020 OZO, Syracuse University.
115. Moran M. C. et al. Particle behavior in deep-bed filtration: Part 2—Particle detachment //Journal (American Water Works Association). – 1993. – C.82-93.

116. Outmans H. D. et al. Mechanics of static and dynamic filtration in the borehole //Society of Petroleum Engineers Journal. – 1963. – T. 3. – №. 03. – C. 236-244.
117. Rege S. D., Fogler H. S. A network model for deep bed filtration of solid particles and emulsion drops //AIChE Journal. – 1988. – T. 34. – №. 11. – C. 1761-1772.
118. Roque C. et al. Mechanisms of formation damage by retention of particles suspended in injection water //European formation damage control conference. – 1995. – C. 329-343.
119. Saleh S. T. et al. Formation damage study with a horizontal wellbore model //Journal of petroleum Science and Engineering. – 1997. – T. 17. – №. 1. – C. 87-99.
120. Sales E. S. et al. Study of Skin Damage in Unconsolidated Sandstone by Computed Tomography //European Formation Damage Conference. – Society of Petroleum Engineers. – 2007.
121. Saraf A. et al. Analysis of the Effect of Residual Oil on Particle Trapping during Produced-Water Reinjection Using X-Ray Tomography //SPE Journal. – 2010. – T. 15. – №. 04. – C. 943-951.
122. Scruby C. B., Drain L. E. Laser Ultrasonics: Techniques and Applications. – Bristol: Adam Hilger. – 1990. – C. 116-123.
123. Shapiro A. A. et al. A stochastic model for filtration of particulate suspensions with incomplete pore plugging //Transport in porous media. – 2007. – T. 67. – №. 1. – C. 135-164.
124. Sharma M. M. et al. Injectivity decline in water injection wells: an offshore Gulf of Mexico case study //SPE European Formation Damage Conference. – Society of Petroleum Engineers. – 1997.
125. Sharma M. M. et al. Injectivity decline in water injection wells: an offshore Gulf of Mexico case study //SPE European Formation Damage Conference. – Society of Petroleum Engineers, 1997.
126. Sharma M. M., Yortsos Y. C. Transport of particulate suspensions in porous media: model formulation //AIChE Journal. – 1987. – T. 33. – №. 10. – C. 1636-1643.

127. Siqueira A. G., Bonet E., Shecaira F. S. Network modelling for transport of water with particles in porous media //SPE paper 18257. – 2003.
128. Soo H., Radke C. J. A filtration model for the flow of dilute, stable emulsions in porous media—I. Theory //Chemical Engineering Science. – 1986. – T. 41. – №. 2. – C. 263-272.
129. Stanley D. R. Sand filtration studied with radiotracers // Proc. ASCE. – 1955. – T. 81. – C. 592.
130. Stein P. C. A study of the theory of rapid filtration of water through sand. – PhD. Thesis, Massachusetts Institute of Technology, Department of Civil and Sanitary Engineering. – 1940.
131. Tien C., Payatakes A. C. Advances in deep bed filtration //AIChE Journal. – 1979. – T. 25. – №. 5. – C. 737-759.
132. Tien C., Ramarao B. V. Revisiting the laws of filtration: An assessment of their use in identifying particle retention mechanisms in filtration //Journal of Membrane Science. – 2011. – T. 383. – №. 1. – C. 17-25.
133. Tien C., Ramarao B. V., Yasarla R. A blocking model of membrane filtration //Chemical Engineering Science. – 2014. – T. 111. – C. 421-431.
134. Turekhanov B. et al. Particle trapping sequence during filtercake build-up revealed by coloured tracer particles //European Formation Damage Conference. – Society of Petroleum Engineers. – 2007.
135. Van der Grinten J.G.M. An experimental study of shock-induced wave propagation in dry, water-saturated, and partially saturated porous media. – Ph.D. Thesis. Eindhoven University of Technology. – 1987. – 180 c.
136. van Oort E. et al. Impairment by suspended solids invasion: testing and prediction //SPE Production & Facilities. – 1993. – T. 8. – №. 03. – C. 178-184.
137. Wennberg K. E., Sharma M. M. Determination of the filtration coefficient and the transition time for water injection wells //European formation damage conference. – 1997. – C.353-364.

138. Williams M. et al. Radial filtration of drilling muds //Transactions of the AIME. – 1940. – T. 136. – №. 01. – C. 57-70.
139. Zaitoun A. et al. The role of adsorption in polymer propagation through reservoir rocks //SPE International Symposium on Oilfield Chemistry. – Society of Petroleum Engineers. – 1987.