

ГБОУ ВПО МО «Международный университет природы,
общества и человека «Дубна»



Разработка и гидродинамическое моделирование
нефтяных и газовых месторождений

Лабораторные методы исследования горных пород

Дубна

д.т.н. Якушина Ольга Александровна

Лабораторные методы исследования горных пород

Стратегической целью развития геологической отрасли до 2030 года является формирование высокоэффективной, инновационно ориентированной системы геологического изучения недр и воспроизводства минерально-сырьевой базы, обеспечивающей решение поставленных задач на современном этапе и в долгосрочном периоде.

Сегодня имеет место снижение качества руд вводимых в эксплуатацию месторождений и постепенное замещение выбывающих из эксплуатации месторождений богатых легкообогатимых руд месторождениями бедных труднообогатимых руд.

В условиях нарастающей экологической напряженности в мире проблема рационального использования и эффективного сбережения природных ресурсов - важнейшая задача жизнедеятельности любого государства.

Лабораторное изучение вещественного состава проводится практически на всех стадиях геологоразведочных работ от общих поисков до эксплуатационной разведки, а также в процессе разработки месторождения для контроля качества продукта и/или технологии.

Минеральное сырье - добываемые из земных недр (горных пород) такие природные минеральные вещества, которые при данном состоянии техники могут быть с достаточным экономическим эффектом использованы в народном хозяйстве в естественном виде (без переработки) или после предварительной обработки.

Сегодня говорят о техногенных месторождений, которые появились в результате интенсивного развития горнодобывающей и перерабатывающей промышленности.

Техногенные месторождения - это скопления *минеральных веществ* на поверхности Земли или в горных выработках, представляющие собой отходы горного, обогатительного, металлургического и других производств и пригодные по количеству и качеству для промышленного использования, которое становится возможным по мере развития технологии его переработки и изменения экономических условий.

Для достоверной оценки запасов и выбора инновационных технологий освоения месторождений и переработки минерального сырья необходимо всестороннее детальное изучение вещественного состава.

*«..для определения породы важнейшими моментами являются структура и минеральный состав..»
Е.С.Федоров, 1896 г.*

Классификация минерального сырья

Делится на категории:

по агрегатному состоянию - твердое, жидкое и газообразное,
по составу - неорганическое и органическое.

В практике народного хозяйства минеральное сырье делится на три типа:

1) рудное, 2) нерудное и 3) горючее минеральное сырье.

Все виды рудного и нерудного, а также значительная часть горючего минерального сырья представляют собой твердые вещества.

К жидкому минеральному сырью относятся лишь нефть и рассолы, а к газообразному — природные газы.

Рост производства и потребления обуславливает вовлечение в переработку все большего числа видов минерального сырья.

В 1913 г. в нашей стране использовалось около 40 видов минерального сырья, в 1940 г. - 70 видов, в 1974 г. - 150 видов, а в 1980г. - более 200.

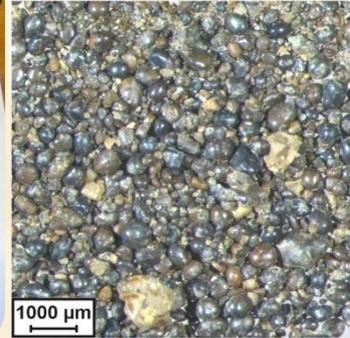
Разнообразие видов минерального сырья определяет и разнообразие методов его исследования, в настоящее время арсенал методов исследования разных видов минерального сырья весьма обширен.

Геовещество:

горные породы

руды

минералы



Поиски, разведка и промышленное освоение природных ресурсов, экономически эффективная организация работ в ресурсных отраслях экономики немыслимы без использования методов исследования минералов, руд и горных пород.

Исследования на всех стадиях геологоразведочных работ начинаются в полевых условиях, именно в поле закладывается фактологическая база будущих лабораторных исследований.

- **Полевые** (наземные и аэровизуальные наблюдения), например статическое и динамическое зондирование
- **Лабораторные** - физические и химические методы анализа

Лабораторные методы исследования горных пород

Месторождение,
отбор проб

Подготовка проб

Организация и проведение
лабораторных испытаний



- ! неправильный пробоотбор приводит к неверным результатам
- Отбор проб
- Пробоподготовка
- Лабораторные исследования

«Нет технологии – нет месторождения»

Лабораторные методы исследования горных пород

Комплекс используемых лабораторных методов зависит от:

- состава и свойств изучаемого геовещества (горной породы) и
- задач исследования

Следует помнить:

разные методы исследования могут требовать разной процедуры пробоподготовки к анализу.



Химические методы – выявление закономерностей в изменении химического состава. При этом устанавливают присутствие повышенных по сравнению с фоновыми концентраций интересующих элементов, характер и масштабы оруденения

Физические методы – определение физико-механических свойств: фазовый (минеральный) состав, текстурно-структурные характеристики (морфология, гранулярный состав; плотность, твердость, пористость, магнитность, электромагнитная восприимчивость, теплопроводность, деформируемость, др.



Лабораторные методы исследования горных пород

Методологические основы испытаний горных пород (геовещества)

Лабораторные испытания – это проведение эксперимента

Эксперимент – это метод познания, при помощи которого в контролируемых и управляемых условиях исследуются явления действительности.

На практике эксперимент определяют как систему операций, воздействий и (или) наблюдений, направленных на получение информации об объекте при исследовательских испытаниях

По некоторым оценкам в развитых странах доля затрат на экспериментальные исследования достигает 15% затрат общественного труда

Важнейшим звеном, связывающим теоретические и экспериментальные методы исследования, являются измерения – как основной процесс получения объективной количественной информации о свойствах исследуемого объекта.

Суть измерения в эксперименте состоит в **сравнении путем физического эксперимента** данной величины с некоторым значением, принятым за единицу.

Фундаментальные физические величины (всего четыре, остальные – их производные):

масса, кг

длина, м

температура, град

время, с

Лабораторные методы исследования горных пород

В основе измерительного эксперимента лежат физические принципы, а его реализация предполагает использование тех или иных методов, алгоритмов и методик.

Принцип измерений – совокупность физических явлений, на которых эти принципы основаны.

Метод измерения отражает путь, способ экспериментального нахождения физической величины и представляет собой совокупность приемов использования принципов и средств измерений

Класс точности работ – обобщенная характеристика средств измерений, отражающая уровень их точности и представленная набором нормируемых метрологических характеристик

Лабораторные методы исследования горных пород

Процесс измерений, условно разбивают на
3 взаимосвязанных этапа:

- подготовка к измерениям,
- проведение измерений и
- обработка результатов.

Недооценка подготовительного этапа приводит, как правило, к потерям качества измерений, причем компенсировать эти потери на последующих этапах измерительного процесса оказывается практически невозможно.

Аналогично: непредставительный или неправильный пробоотбор приводит к неверным результатам, которые могут быть исправлены только проведением нового пробоотбора

Лабораторные методы исследования горных пород

Планирование исследований

- Постановка *задачи* исследования: *какой* объект (вид МС) и *с какой целью* исследуем
- Определение параметров, которые должны получить в результате исследования
- Выделение факторов, оказывающих существенное влияние на исследуемый объект
- Определяем необходимый *набор* лабораторных методов исследования; какой анализ проводим - качественный или количественный; необходимый класс точности работ и *последовательность* испытаний;
Получение экспериментальных данных (достоверность, погрешность), контроль за ходом эксперимента
- Обработка данных, получение характеристик, интерпретация результатов
- Оформление результатов исследований (в виде протокола испытаний, отчета об исследовании), выводы, прогноз свойств, качества геовещества

Лабораторные методы исследования горных пород

Определение физико-механических свойств горных пород:

1. Основные методы лабораторных определений физико-механических свойств **песчано-глинистых пород** включают определение:

- гранулярного состава связных и несвязных пород;
- плотности и объемной массы пород, расчет пористости;
- влажности и максимальной молекулярной влагоемкости;
- пластичности, липкости, набухания, водопрочности;
- коэффициента фильтрации;
- угла естественного откоса;
- сжимаемости и сопротивления сдвигу.

2. Определения физико-механических свойств **скальных пород** включает определение :

- водно-физических свойств пород: плотности, объемной массы, влажности, водонасыщенности, водопоглощения, пористости;
- прочностных свойств: предел прочности на растяжение, сжатие и изгиб;
- упругих свойств, твердости, пластичности, хрупкости.

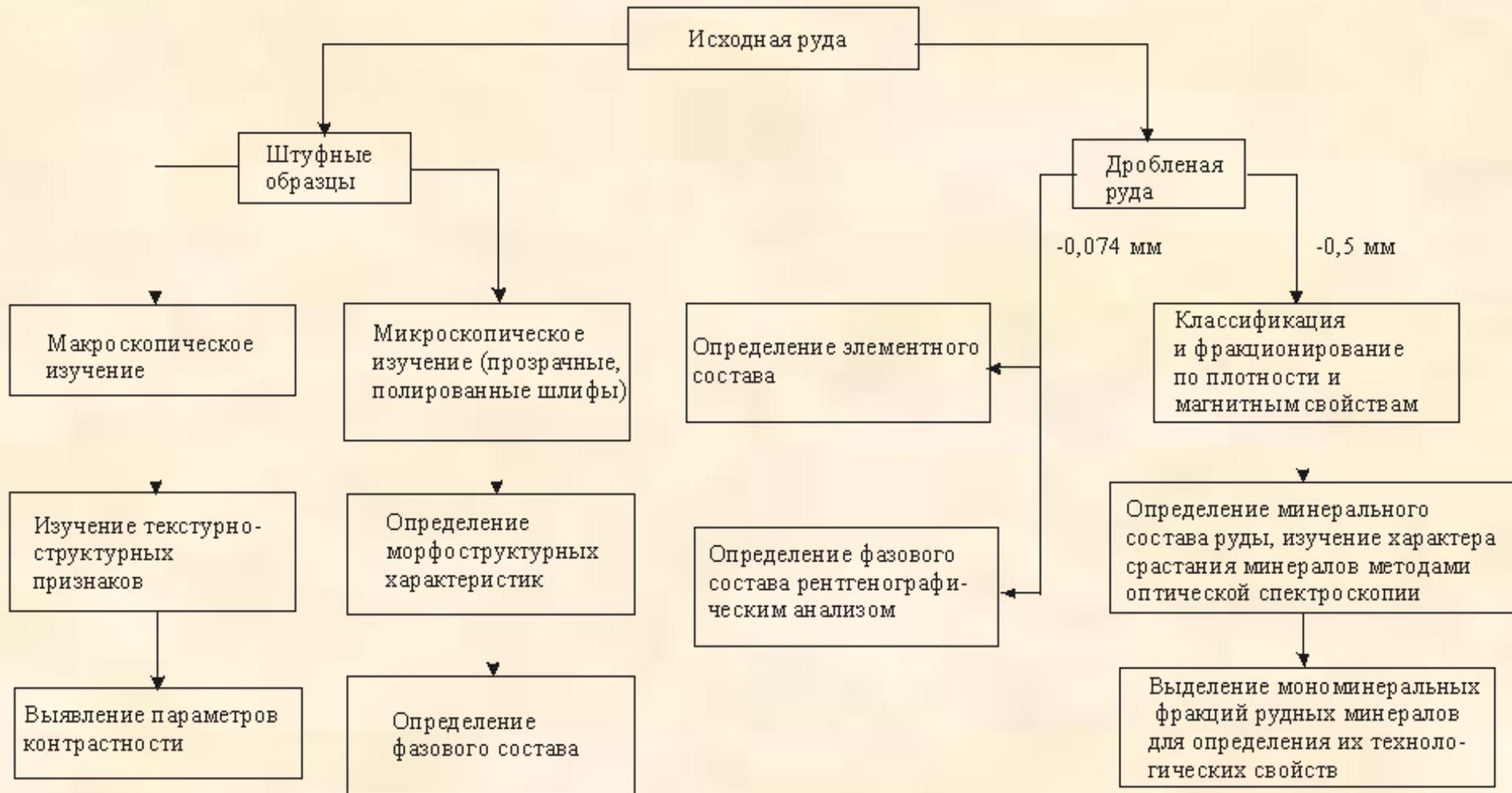
Последовательность операций лабораторного анализа,



Геовещество
общая схема



Последовательность изучения руд, общая схема



Современный комплекс лабораторных исследований включает:

валовый химический (элементный) анализ,
высокоразрешающую оптическую микроскопию

(с автоматическим анализом изображений)

электронную микроскопию,
микрорентгеноспектральный (электронно-зондовый) анализ,
рентгенографический фазовый анализ Р(К)ФА,
рентгеновскую томографию,
термический методы,
магнитометрию,
капаметрию,
фотометрию,
мессбауэровскую спектроскопию,
инфракрасную спектроскопию,
люминентную спектроскопию
электронный парамагнитный резонанс,
рентгенорадиометрию, др.



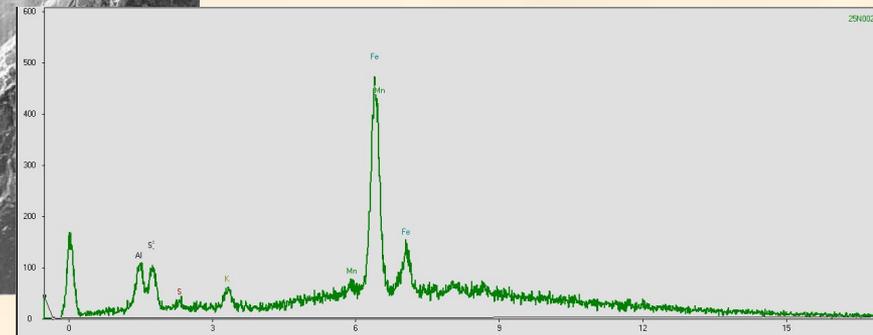
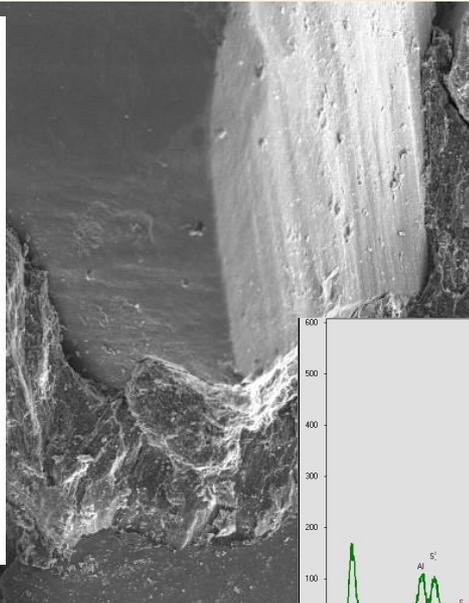
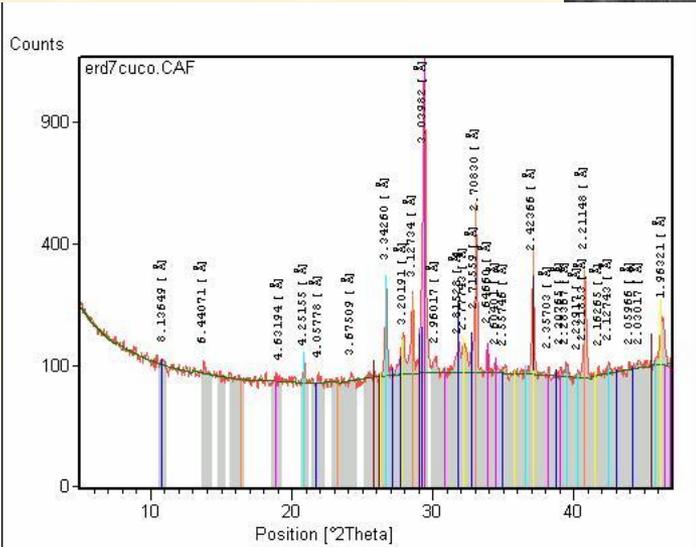
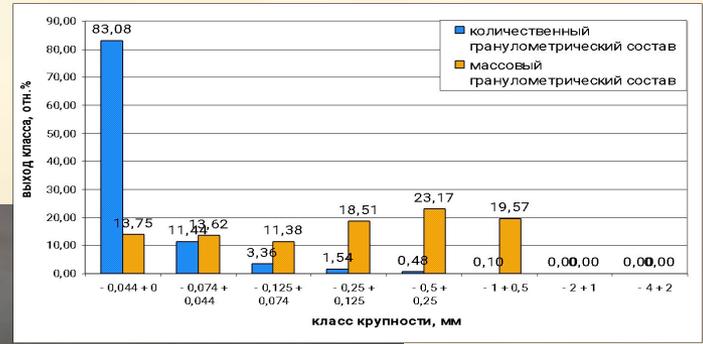
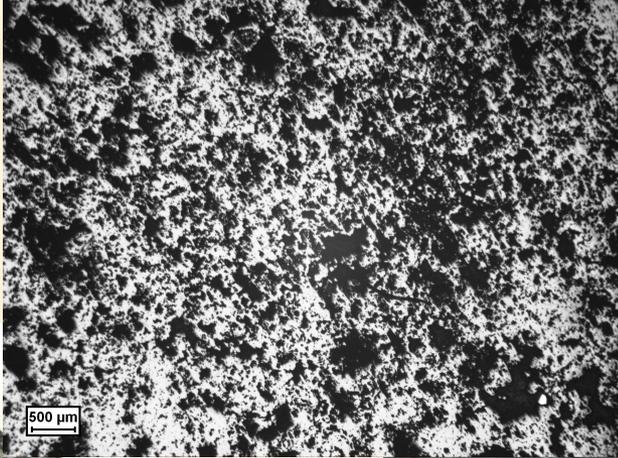
При изучении вещественного состава минерального сырья в лабораториях пользуются в основном стандартным набором методов, включающим *рентгенографический, элементный (химический) и оптико-микроскопический* анализы.

Прецизионные физические методы – микрорентгеноспектральный (микрозондовый) и электронная микроскопия – ввиду высокой стоимости и времязатратности применяются в отдельных случаях для решения конкретных задач.

Лабораторные методы исследования горных пород

- Оптическая микроскопия (оптико-минералогический, петрографический, минераграфический, оптико-геометрический)
 - определение фазового (минерального) состава и морфоструктурных характеристик пород, руд и продуктов их обогащения.
- Оптическая спектроскопия, в том числе люминесцентная спектроскопия в ее различных вариантах
 - экспрессная диагностика минералов и непосредственная основа технологических процессов сепарации сырья.
- Рентгенографический анализ
 - идентификация и количественная оценка фаз, размер кристаллитов которых не менее 0,02 мкм, изучение особенностей кристаллической структуры минералов. Является ведущим среди количественных минералогических методов.
- Рентгеновская вычислительная микротомография
 - определение фазового состава и морфоструктурных характеристик пород, руд и продуктов обогащения.

- Инфракрасная спектроскопия
 - выявление и диагностика минеральных и техногенных фаз, в том числе аморфных (ультрадисперсных), изучение особенностей кристаллической структуры минералов
- Термический анализ
 - идентификация термоактивных фаз, определение минерального состава тонкодисперсных минеральных объектов.
- Ядерная гамма-резонансная (мессбауэровская) спектроскопия
 - определение фазового состава железо- и оловосодержащего сырья и продуктов его передела.
- Метод электронного парамагнитного резонанса
 - экспрессная оценка качества кварцевого, карбонатного сырья, изучение структурных дефектов в минералах.
- Аналитическая электронная микроскопия
 - выявление и диагностика тонкодисперсных фаз, изучение микронеоднородности и микростроения минеральных и техногенных фаз, размера и формы содержащихся в них включений.
- Определение свойств минералов (петрофизических свойств ГП)
 - плотности, микротвердости, отражения, удельной магнитной восприимчивости, электропроводности и др.

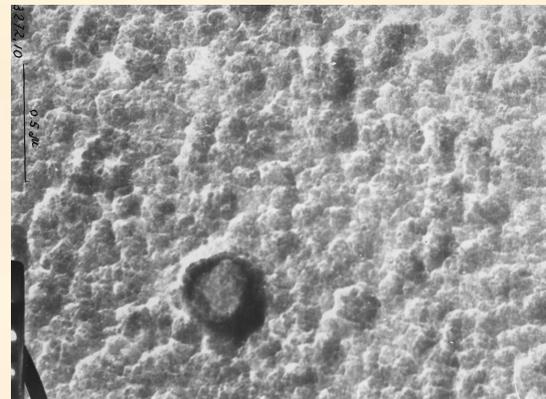


Тихий океан. «Дм.Менделеев»



Глобулярное микростроение пирита.
ПЭМ.
Увел. 52000

Нефтегазоносные отложения. Восточная Сибирь



Глобулярное микростроение пирита. ПЭМ. Увел
30000

Микротвердость 822-844 кг/мм² 800-860 кг/мм²

Отражение 540 нм 48% 48,1%

580 нм 50,1% 50-50,3%

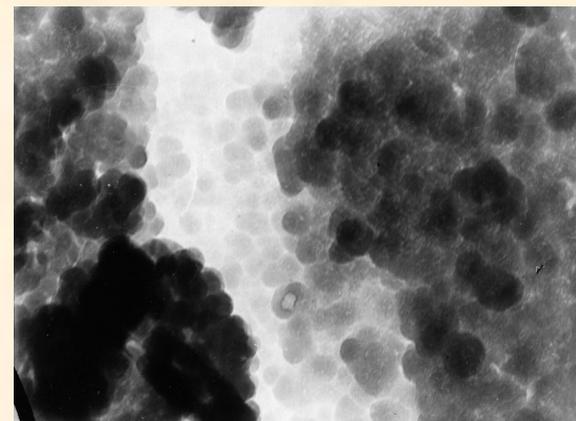
660 нм 51% 50,8-51,9%

ТермоЭДС Дырочная +1,5+2,5 Дырочная
+1,9+2,4

Параметр элементарной

ячейки 0.5415 нм

0,5417 нм



Глобулярное микростроение пирита.
ПЭМ.
Увел.9800

Лабораторные методы исследования горных пород

ТРЕБОВАНИЯ К КРУПНОСТИ МАТЕРИАЛА, ИССЛЕДУЕМОГО МЕТОДАМИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО МИНЕРАЛОГИЧЕСКОГО (ФАЗОВОГО) АНАЛИЗА

Методы анализа	Интервал определения, %	Оптимальная крупность, мм	Нормативно-методический документ
Оптико-минералогический	1-100	-1+0,1	МИ № 19, МР № 89 НСОММИ
Оптико-геометрический,	1-100	-2+0,005	МУ № 49 НСОММИ
Петрографический	1-100	-2-0.005	МР № 111 НСОММИ
Рентгенографический	0,5-100	-0,074+0,005	МУ № 21 НСАМ
Термический	1-100	-0,074+0,05	МУ № 9 НСОММИ
Термохимический	1-100	-0,074+0,05	МИ № 235 ф НСАМ
Магнитостатический	0,1-100	-0,074+0,04	МУ № 7,8 НСОММИ
Мессбауэровская спектроскопия	1-100	-0,074+0,04	МИ № 18 НСОММИ
Химический	0,1-100	-0,1+0,074	МИ № 289ф НСАМ

НСАМ – Научный совет по аналитическим методам исследований,
НСОММИ – Научный совет по минералогическим методам исследований
Федерального научно-методического центра лабораторных исследований
и сертификации минерального сырья «ВИМС»

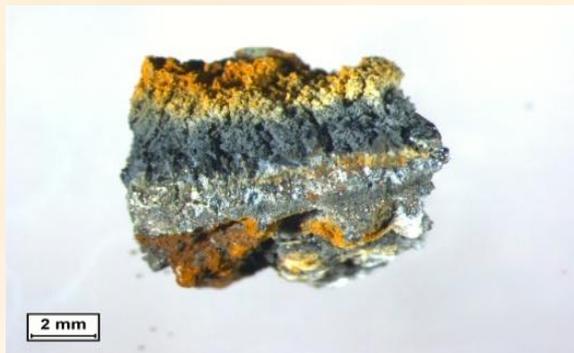
Лабораторные методы исследования горных пород

Лабораторное изучение состава пород и руд проводится практически на всех стадиях геологоразведочных работ от общих поисков до эксплуатационной разведки.

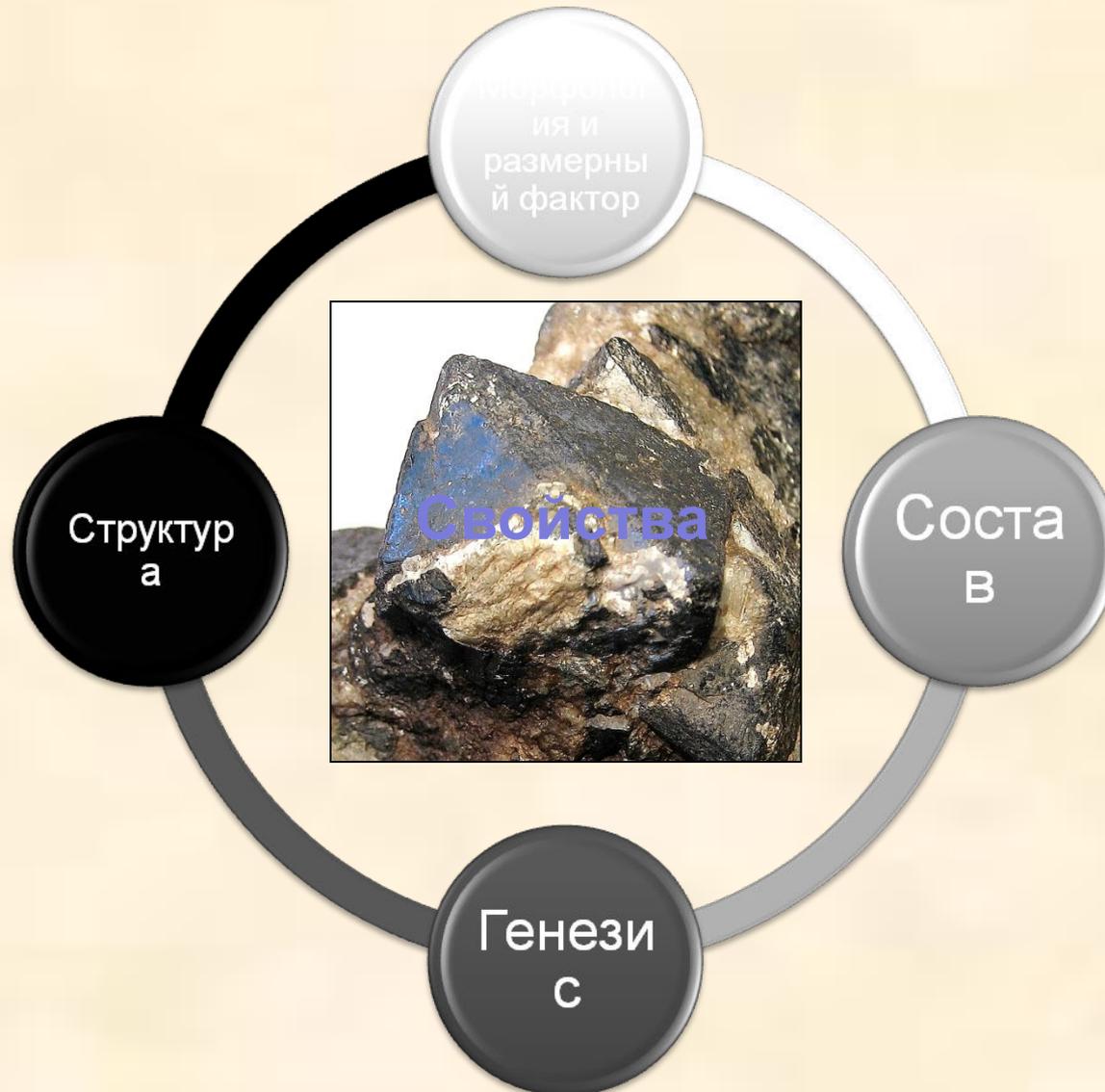
Изучение вещественного состава геоматериалов имеет определяющее значение для определения качества сырья и выбора технологии добычи, в том числе комплексного извлечения ценных компонентов.

Исследование минерального вещества (геоматериалов) для получения генетической и технологической информации о природном или техногенном сырье имеет задачей определение морфоструктурных характеристик, т.е. :

- *фазового* (минерального) состава и
- *текстурно-структурных* характеристик.



Изменчивость атрибутов минерала в эволюции геолого-структурной системы «минерал-среда» при нераздельном времени-пространстве как атрибуте минеральных тел



Лабораторные методы исследования горных пород

Нормативно-методическое обеспечение

Качество лабораторных исследований и испытаний:

Используемая аппаратная база

Аттестация и аккредитация лабораторий

Поверка приборов

Аттестованные методики анализа

Использование стандартных образцов, образцов сравнения



Общие требования к качеству лабораторных исследований при геологоразведочных работах (ГРР)

Система **УКАР** – управление качеством аналитических работ (отраслевая, Роснедра)

Задача: обеспечение аналитической информацией



- Достоверной
- Сопоставимой
- Метрологически оцененной
- Имеющей юридическую силу

Федеральный закон РФ "О техническом регулировании" от 27.12.2002 N 184-ФЗ

Федеральный закон РФ "Об обеспечении единства измерений" от 26.06.2008 г. N 102-ФЗ

Метрологическое обеспечение

ФЗ РФ «Об обеспечении единства измерений»

Устанавливает требования к:

- Методикам анализа
- Стандартным образцам
- Средствам измерений

ФЗ РФ "О техническом регулировании" регулирует отношения, возникающие при **оценке соответствия** - прямое или косвенное определение соблюдения требований, предъявляемых к объекту.



Аккредитация - официальное признание органом по аккредитации компетентности физического или юридического лица выполнять работы в определенной области оценки соответствия.

Аккредитация лабораторий осуществляется на основе принципов: добровольности; открытости и доступности правил аккредитации; компетентности и независимости органов, осуществляющих аккредитацию;

Порядок и критерии аккредитации лабораторий (центров), определяются Правительством Российской Федерации.

Орган по аккредитации - Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

Компетентность лаборатории определяется:

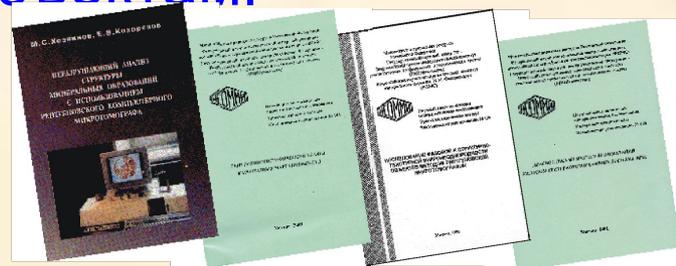
- технической оснащённостью на современном уровне (приборная база)
- совершенством методического и метрологического обеспечения лабораторий
- профессионализмом и опытом кадрового состава
- системой менеджмента (управления) лаборатории
- надёжным функционированием Системы контроля качества аналитических работ (УКАР)
- официальное подтверждение технической компетентности лаборатории в выполнении лабораторных исследований минерального сырья (аккредитация).

При планировании лабораторных исследований минерального сырья важен не только факт наличия у лаборатории

Аттестата аккредитации и области аккредитации.

Не менее важным является соответствие *Области аккредитации* данной лаборатории стоящей перед ней аналитической задаче:

- по объектам исследования,
- определяемым компонентам,
- диапазонам определения компонентов,
- соответствию области применения методик анализа исследуемым объектам.



Особенности лабораторно-аналитических исследований минерального вещества при изучении и освоении недр

- огромное разнообразие объектов анализа;
- массовость количественных определений (анализируются десятки тысяч проб);
- большой круг определяемых компонентов, практически все элементы таблицы Менделеева и десятки тысяч минералов;
- широкие диапазоны определяемых содержаний, массовая доля от $n \cdot 10^{-8}$ до $n \cdot 10$ %;
- жесткие требования к сопоставимости результатов анализа;
- незначимость систематической погрешности анализа;
- необходимость обеспечения представительности пробы массой от десятков миллиграмм до десятков килограмм;
- возможность проведения быстрого и достаточно низкого по стоимости массового анализа однотипных по составу проб и проведение анализа единичных уникальных проб с высокой точностью.

Отраслевая Система управления качеством аналитических работ УКАР (Роснедра)

Основы отраслевой Системы УКАР были заложены академиком И.П. Алимариным и профессором В.Г. Сочевановым.

Система была создана в отрасли в 1960-е годы Научным Советом по аналитическим методам (НСАМ) при ВИМС.

Система управления качеством аналитических работ УКАР включает в себя :

- нормативные документы
- методики анализа
- стандартные образцы
- требования к объектам исследованиями и определяемым компонентам, их содержаниям
- требования к лабораториям
- внутренний и внешний лабораторный контроль
- внутренний и внешний геологический контроль
- арбитражный контроль
- орган по подтверждению технической компетентности (аккредитации/аттестации) лабораторий.

Система УКАР устанавливает взаимосвязи между элементами системы и охватывает все этапы проведения лабораторно-аналитических исследований: от отбора проб до контроля качества выполнения анализа (НСАМ—НСОММИ—НСОМТИ)

Банк нормативных документов по методам минералогических исследований включает в себя 255 документов, в том числе: 54 инструкции, 43 методических указания, 158 методических.



ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ
минерального состава проб
методом рентгенографического фазового анализа

Заказчик: ГНЦ ФГУГП «Южморгеология».

Анализируемый материал: глина (проба 4-06/16) – 2 образца: валовая проба и светлые участки.

Цель анализа: сравнение минерального состава проб.

Метод анализа: рентгенографический фазовый анализ

Методика анализа: МУ НСАМ № 21 «Рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) с использованием метода внутреннего стандарта».

Аппаратура: рентгеновский дифрактометр X'Pert PRO (PANalytical, Нидерланды).

Условия съемки рентгенограмм: монохроматизированное $\text{CuK}\alpha$ - излучение (графитовый монохроматор на дифрагированном излучении), $V = 50 \text{ kV}$, $I = 40 \text{ Ma}$, режим записи рентгенограмм непрерывный с шагом $0,02$ град 2θ , время набора импульсов $0,5 \text{ с}$.

Результаты анализа представлены в таблице.

Приложение: рентгенограммы образцов.

Результаты анализа: исследованные образцы 4-06/16общ. и 4-06/16светл. идентичны по минеральному составу. Глинистые минералы представлены монтмориллонитом с примесью иллита, каолинита, а также небольшого количества хлорита. Нонтронит в составе образцов отсутствует.

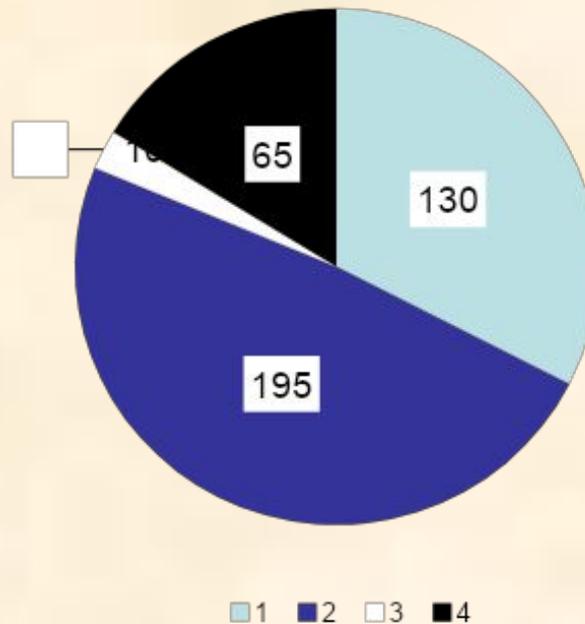
Зав. минералогическим отделом,

Исполнитель:

М.П.

Стандартные образцы

База стандартных образцов (СО) элементного (СОС) и фазового (СОФС) состава минерального сырья включает в себя 400 типов образцов.



ГСО -130 типов

ОСО-195 типов

СОП-10 типов

Срок действия истек у 65 типов СО.

Лабораторные методы исследования горных пород



Размер СОФС, мм	Рекомендуем метод анали
0,01—0,1	ОПТИКО-МИН МАГНИТОСТА
0,001—0,074	рентгено-фа мессбауэро
ALL SSPC INCLUDE ORI	

Пример общего вида стандартных образцов фазового состава и свойств минералов (СОФС)

