

УДК 553:550.835.8:549.08

О. А. Якушина, Д. А. Кожевников, М. С. Хозяинов

Рентгеновская микротомография в современном комплексе лабораторных методов исследования геообъектов

В последние годы активно расширяется применение вычислительной рентгеновской микротомографии (РТ) для исследования геообъектов. Обсуждаются возможности использования метода в комплексе современных физических методов изучения минерального сырья. Проведен анализ возможностей МРТ для исследования керна нефтегазовых скважин. Авторы выделили три основные задачи, решаемые методом РТ, и сформулированы требования к приборам: качественная оценка полноразмерных кернов, изучение количественных характеристик на уровне микроструктуры и исследования в процессе моделирования вытеснения флюида при различных термобарических условиях.

Ключевые слова: рентгеновская томография, СТ-сканеры, лабораторные методы, пористая среда, петрофизические свойства, минеральный состав, морфоструктурные характеристики.

Об авторах

Якушина Ольга Александровна — доктор технических наук, профессор кафедры общей и прикладной геофизики Государственного университета «Дубна».

Кожевников Дмитрий Александрович — аспирант кафедры общей и прикладной геофизики Государственного университета «Дубна».

Хозяинов Михаил Самойлович — доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой управления проектами Государственного университета «Дубна».

Задача лабораторных исследований геовещества — горных пород, руд, минералов и их агрегатов, техногенного минерального сырья — получить наиболее полные, объективные, достоверные данные: петрофизические, текстурно-структурные, минеральный состав, на основании которых дается прогноз качества сырья, оценка запасов, перспективности применения способов и технологий добычи и переработки. Очевидна привлекательность метода рентгеновской вычислительной томографии для исследования геообъектов как неразрушающего метода исследований. В настоящее время в мире активно проводятся конференции по вычислительной томографии, в которых отдельно выделяются секции с докладами по изучению геообъектов: *ICTMS* (<http://www.ictms.ugent.be/>); Практическая микротомография (<http://microctconf.com/>), на Геологическом конгрессе — 2016 в ЮАР заявлена секция РТ.

Применять МРТ как инструмент исследования горных пород и руд в России

было предложено и начато в 1990-х гг. [2]. Для этого была специально сконструирована отечественная аппаратура — микротомограф ВТ-50-1-«Геотом» (ООО «Проминтро»). В 1990-е гг. крупные зарубежные нефтяные компании начали достаточно широко использовать томографию для сканирования керна горных пород как рутинный денситометрический метод [3—5], используя преимущественно медицинские томографы. В настоящее время ряд исследовательских лабораторий отечественного нефтегазового сектора (ОАО «Лукойл», ОАО «ТомскНИПИнефть», ОАО «Тверьгеофизика», ОАО СИББУРМАШ, ОАО ВНИИ ГАЗ, МГУ им. М.В. Ломоносова, РГУНГ им. И.М. Губкина, Казанский (Приволжский) федеральный университет, Пермский национальный исследовательский университет и др.) оснащен рентгеновскими томографами разных производителей и марок, которые используются, главным образом, как инструмент выявления наиболее информативных участков керна для дальнейших традиционных исследований; паспортизации и цифровой архивизации керна, определения петрофизических параметров: пористости, трещиноватости, кавернозности; для визуа-

лизации неоднородностей, выделения в колонке керна характерных участков для специальных анализов.

В геонауках присутствуют нефтегазовая геология, геология рудных и нерудных полезных ископаемых. Для нефтегазовой геологии (как и в исследовании почв) важно прежде всего определить характеристики пустотного пространства, в геологии твердых полезных ископаемых — минеральный состав, текстуру и структуру пород. По мнению авторов, в обоих случаях можно выделить три основные задачи исследования геовещества, решаемые методом РТ [3]: качественная оценка полноразмерных кернов или кусков, обломков породы, изучение количественных характеристик на уровне микроструктуры и исследования в процессе моделирования различных термобарических условий.

Изображения томограмм визуализируют характер распределения фаз и пустотное пространство в тонком плоском слое исследуемого объекта, по которым устанавливают их размеры, т.е. позволяют получать данные о морфоструктурных особенностях, о пустотном пространстве горных пород (пористости, трещиноватости), по которым можно прогнозировать свойства сырья и его поведение в процессах переработки.

Важными преимуществами метода РТ являются неdestructивность, отсутствие пробоподготовки, естественное состояние слагающих фаз; возможность построения 3D моделей — образов внутренней сферы исследуемого объекта; разделение минералов с близкими оптическими характеристиками. При петрофизическом, минералогическом изучении геовещества возникают определенные трудности из-за сложности полиминерального состава изучаемых объектов, присутствия в них тонкодисперсных и аморфных агрегатов, неоднородности зерен промышленно ценных минералов, близости физических свойств, например оптических констант минералов. Наличие таких слабо окристаллизованных «рентгеноаморфных» фаз не является ограничением РТ анализа.

Метод исследования

Существо метода рентгеновской (вычислительной) томографии заключается в реконструкции (восстановлении) и визуализации пространственного распределения величины линейного коэффициента ослабления ЛКО (μ , см^{-1}) рентгеновского излучения

в плоском слое ИО в результате компьютерной математической обработки серии теневых проекций, получаемых при просвечивании ИО тонким рентгеновским лучом по различным направлениям вдоль исследуемого слоя.

Известно, что величина линейного коэффициента ослабления рентгеновского излучения ЛКО μ , см^{-1} определяется химическим составом и плотностью вещества для данной энергии гамма-излучения вдоль выбранного направления в плоскости сечения: $\mu = \mu_m \cdot \rho$, определяемая через массовый коэффициент ослабления гамма-излучения рассматриваемого вещества при той же энергии ($\text{см}^2/\text{г}$) и физическую плотность вещества ($\text{г}/\text{см}^3$). Для фиксированной энергии гамма-излучения величина μ может быть вычислена по формуле:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho, \quad (1)$$

где μ_m — массовый коэффициент ослабления гамма-излучения рассматриваемого вещества при той же энергии, $\text{см}^2/\text{г}$; ρ — плотность вещества, $\text{г}/\text{см}^3$.

Для вещества сложного химического состава величина μ_m определяется:

$$\mu_m = \sum_i p_i \mu_{mi}, \quad (2)$$

где p_i — относительное весовое содержание в сложной среде i -го элемента, имеющего массовый коэффициент ослабления μ_{mi} .

Эффективность РТ анализа зависит как от характеристик прибора (источника рентгеновского излучения; вида, материала детектора; пространственного разрешения), так и алгоритмов расчета. Укажем, что более высокое пространственное разрешение обеспечивают приборы с микрофокусной рентгеновской трубкой — микротомографы.

Сегодня есть два методических подхода к анализу томографических изображений: первый — в оттенках серого по шкале Хаунсфилда (как в медицинских исследованиях), но интерпретация фазового состава в оттенках серого (по шкале HU) и посредством совмещения цветовых характеристик с данными электронной микроскопии (картирование минералов) не всегда однозначна. Второй — разработанная нами оригинальная методика диагностики элементов неоднородности (минеральных фаз) путем сопоставления отношений амплитуд ЛКО на томограмме (эксперимент) для фазы и образца сравне-

ния (как правило, алюминия, его плотность близка к таковой породообразующих силикатов и алюмосиликатов) с теоретически рассчитанными отношениями эффективных величин ЛКО [3]. Это позволяет сопоставлять измерения, проведенные при разных режимах съемки, для идентифицируемых фаз разных размеров, при меняющемся минеральном составе вмещающей среды. Известные данные о морфологии минеральных образований, их размерах, кристаллографических формах, другая априорная информация позволяют повысить надежность идентификации. Разработана схема РТ проведения анализа (рис. 1).

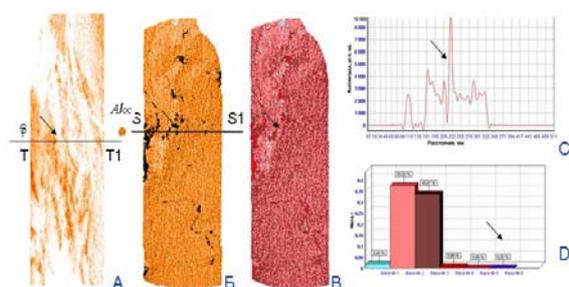


Рис. 1. РТ-анализ: А — рентрограмма; Б — томограмма по сечению $T-T1$ (OC-Al); В — выделение фаз с помощью специального ПО; С — профиль ЛКО по линии $S-S1$; D — фазы, в %

Приведем некоторые примеры МРТ исследования на рентгеновском микротомографе ВТ-50-1, условия эксперимента: средняя энергия нефльтрованного излучения ~ 100 кэВ, достаточная для просвечивания минеральных объектов, обеспечивается преобладание фотоэффекта при взаимодействии гамма-квантов с веществом, когда величина ЛКО зависит от атомного номера элемента, т.е. состава вещества. Условия съемки: микрофокусный рентгеновский источник РЕИС-150М, с электростатической и магнитной системами фокусировки электронного пучка; воздушное охлаждение мишени, рабочее напряжение рентгеновской трубки $U = 100$ кВ, ток накала $I = 2,9$ А; блок детекторов 8 каналов со сцинтилляторами CsJ(Na), веерная геометрия сканирования, шаг 3 мкм. Предел пространственного разрешения 5 мкм, диапазон значений томограммы в шкале условных единиц от -32767 до 32768 в десятичной системе счисления.

Для осадочных карбонатных марганцевых руд Тыньинского месторождения методом РТ был решен технологический во-

прос: показано, что хотя в исходной руде имелось значительное содержание слоистых (глинистых) минералов, но с уменьшением крупности зерен различие в фазовом составе исходной и «мытой» руды нивелируется, и при размере 1 мм можно не применять операцию «отмывания» руды.

В начале лабораторных исследований руд Сейбинского узла по МРТ установлен характер взаимоотношения рудообразующих минералов: почти равномерная тонкая вкрапленность кварца и гидроксидов железа в рудном марганцевом агрегате, что показало о невозможность применения физических методов обогащения, характер взаимоотношения марганцевых фаз определил невозможность селективного разделения конкретных марганцевых минералов, учитывая близость их физических свойств. Визуально зерна рудных минералов всех классов крупности выглядели однородными, но РТ установила, что это пиролюзит-псиломелановые агрегаты — гидроксиды марганца: на поверхности зерен в результате окисления образуют тонкую оболочку. Эти особенности строения руд влияют на технологические свойства руды и качество продуктов — перспективно применять химические методы переработки.

При изучении титаномагнетитовых руд Пудожгорского месторождения РТ показала, что руда сформирована сложными тонковкрапленными агрегатами (размером 30—150 мкм, в среднем ~ 50 мкм), равномерно распределенными в алюмосиликатной матрице (рис. 2). На томограммах видно, что титаномагнетит является магнетит-ильменитовыми сростаниями с включениями нерудных минералов. В руде всех горизонтов присутствует не менее 3—4 рудных и 5—8 породообразующих минеральных фаз, выделяющихся по ЛКО. Томограммы демонстрируют, что титаномагнетит — это сложные магнетит-ильменитовые-ульвешпинелевые сростания, т.е. микроагрегат с включениями 3—4 фаз нерудных минералов. Содержание рудных и породообразующих минеральных фаз в каждом горизонте по данным РТ соответствовало определенному методом рентгенофазового анализа методом порошка. По данным РТ установлен массовый гранулярный состав руды: титаномагнетит преобладает в пределах относительно крупных фракций $-1,5...+0,5$ мм (рис. 3), что дает возможность предположить отсутствие его существенных потерь при обогащении в связи с трудноосуществимым и

нерентабельным извлечением тонких классов, покрытых нерудной «рубашкой».

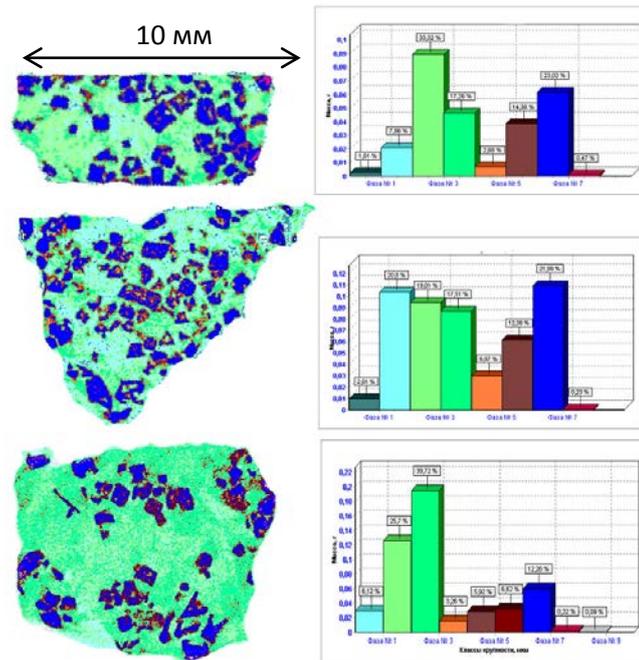


Рис. 2. РТ титаномagnetитовых руд, горизонт: 1 — надрудный; 2 — рудный; 3 — подрудный горизонты: А — томограмма; Б — обработка с помощью специального ПО

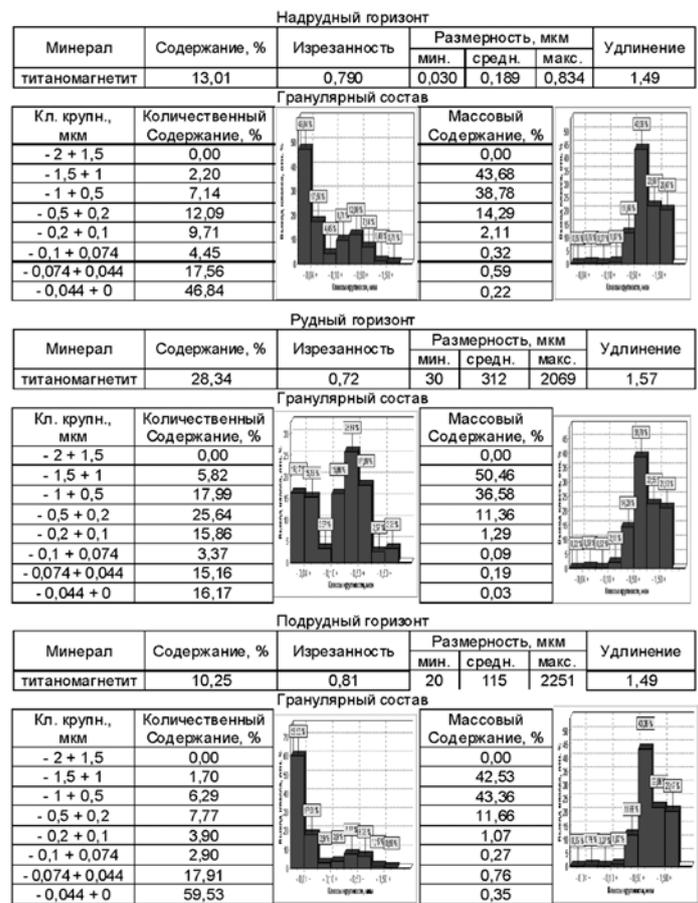


Рис. 3. Расчет морфоструктурных параметров титаномagnetитовых руд по данным мРТ: количественный (А) и массовый (Б) гранулярный состав титаномagnetита (на пробу)

Особое внимание сегодня обращено на техногенное сырье (шлаки, окатыши, хвосты металлургического передела) как потенциальный источник расширения минерально-сырьевой базы страны, а их вовлечение во вторичную переработку сократит техногенную нагрузку на окружающую среду. При лабораторных исследованиях надо учитывать особенности техногенное сырья — макроскопическая однородность, хотя они сформированы ультратонкими полиминеральными агрегатами; значительные содержания рентгеноаморфных фаз и пр.

С целью определения полноты извлечения полезных фаз металлов, были исследованы окомкованные хвосты (окатыши) обогащения колчеданных руд, предназначенные для закладки в отработанное пространство горных выработок с целью их рекультивации (рис. 4). Установлено, что на томограммах окатыши проявляют порошковатую, пятнистую текстуру и мелкористаллическую структуру, сформированы 5—6 минеральными фазами размером не более ~150 мкм. Основная масса их сформирована кварцем и тонкокристаллическим пиритом, в которой достаточно равномерно распределены кристаллы сфалерита и халькопирита размером 80—120 мкм, отмечаются пятни-

стые участки с мелкими кавернами, выполненными гипсом. В весьма незначительном количестве (< 0,02 %) установлены обособленные фазы размером 120x150 мкм, по величине ЛКО ($\alpha\alpha/Al_{oc}$) ~15,0 — это металлическая медь (рис. 4—2). Поскольку остаточные содержания полезных минералов не превышают допустимых (т.е. они извлечены), присутствие токсичных минеральных фаз не выявлено, то окатыши могут использоваться для рекультивации.

В настоящее время в ОИЯИ (г. Дубна) ведутся работы по совершенствованию сенсорной системы (детектора) рентгеновского микротомографа *MARS*. Данный томограф имеет рабочее поле до 10 см, длина до 28 см (что позволяет исследовать полноразмерный керн). Важно, что исследуемый образец неподвижен, а вращается система источник — детектор. Это позволит проводить моделирование фильтрации флюида через образец в при различных температурах и давлениях. Разрабатываемый детектор на основе арсенида галлия позволит повысить эффективность измерений, а система детектирования в целом позволит также проводить определение энергии регистрируемого кванта.

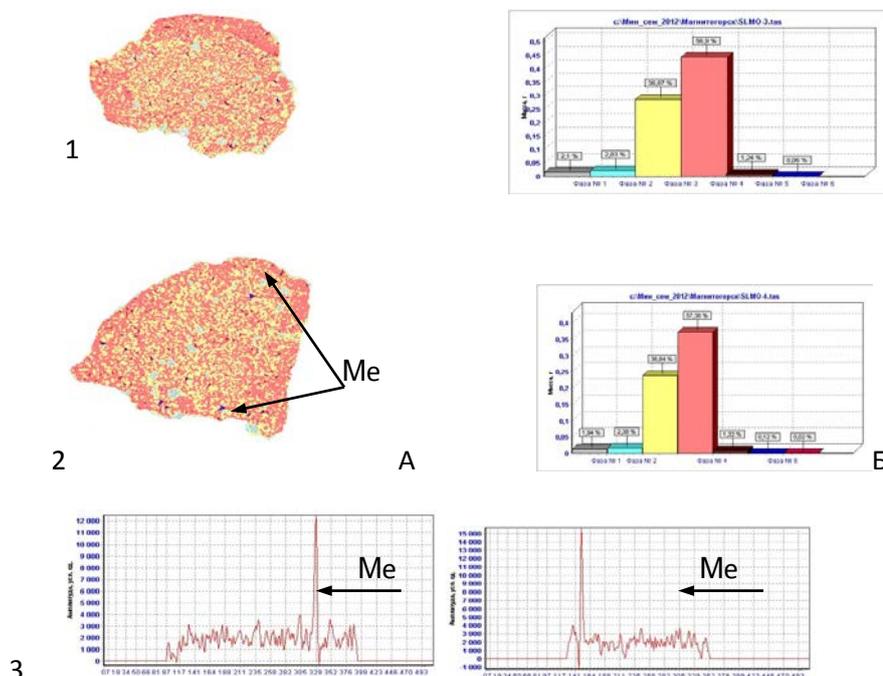


Рис. 4. Хвосты обогащения, μ РТ, томограммы (1,2) и графики амплитуды ЛКО через индивиды металла (3): слева направо микропоры серое, гипс голубое, кварц желтое, пирит лососевое, сфалерит коричневое, халькопирит синее, металл малиновое (Me)

Заключение

Горные породы и минералы оказались сложным объектом для исследования РТ, причины этого как в используемом немонохроматическом излучении, так и в сложном строении минеральных объектов: поликомпонентном и изменчивом реальном составе (изоморфизм, полиморфизм, микропримеси), микровключениях других минералов. Тем не менее, в последние годы разные группы исследователей за рубежом и в нашей стране ведут активные разработки в области применения метода рентгеновской томографии как лабораторного метода исследования руд и пород в геологии и смежных областях знаний [1; 6].

Библиографический список

1. Кожевников, Д. А. Рентгеновский томограф MAPS с детектором из арсенида галлия: новые возможности анализа керна нефтегазовых скважин / Д.А. Кожевников [и др.] // Матер. конф. «Практическая микротомография»

(Москва, 2—4 октября 2013 г.). — Москва : Почв. ин-т РАН, 2013. — С. 99—105.

2. Хозяинов, М. С. Использование рентгеновской микротомографии в прикладной минералогии / М.С. Хозяинов, А.К. Руб, Е.В. Козорезов // ДАН. — 1995. — № 4. — С. 516—519.

3. Хозяинов, М. С. Анализ возможностей рентгеновской томографии для петрофизических исследований керна нефтегазовых скважин / М.С. Хозяинов, О.А. Якушина // Каротажник. — 2014. — № 2. — С. 107—121.

4. Akin, S. Computed tomography in petroleum engineering research / S. Akin, A.R. Kovscek // Applications of X-ray Computed Tomography in the Geosciences ; F. Mees, R. Swennen, M. Geet, P. Jacobs (Eds.). — Special Publication, Geological Society, London. — 2003. — V. 215. — P. 23—38.

5. Carlson, W. D. Three-dimensional imaging of earth and planetary materials // Earth and Planetary Science Letters. — 2006. — V. 249. — P. 133—147.

6. Veerle, C. High-resolution X-ray CT in geosciences: a review of the current technology and applications / C. Veerle, M. Boone // Earth-Science Reviews. Elsevier. — 2013. — V. 123. — P. 1—17.

*Поступила в редакцию
25.03.2016*