



Zeszyty Naukowe

 Instytutu Gospodarki Surowcami Mineralnymi i Energią  
 Polskiej Akademii Nauk

rok 2017, nr 101, s. 293–302

 Paulina KRAKOWSKA\*, Edyta PUSKARCZYK\*, Mariusz JĘDRYCHOWSKI\*,  
 Magdalena HABRAT\*\*, Paweł MADEJSKI\*\*\*, Jadwiga JARZYNA\*\*\*\*

## Analiza petrofizyczna łupków sylurskich z synklinorium lubelskiego

Streszczenie: Wyniki badań laboratoryjnych formacji sylurskich pozwalają na uzyskanie szczegółowych informacji na temat złożoności przestrzeni porowej, występowania mikroszczelin, a także obecności pirytu w skale. Trzy próbki mułowców sylurskich pochodzące z różnych głębokości, z jednego otworu zlokalizowanego w synklinorium lubelskim, zostały przebadane pod kątem wyznaczenia właściwości sprężystych, czyli prędkości fal podłużnych  $P$  i poprzecznych  $S$ , dynamicznych modułów: sprężystości podłużnej (Younga), odkształcenia postaci, odkształcenia objętości, współczynnika Poissona oraz zbiornikowych, z wykorzystaniem spektrometrii magnetycznego rezonansu jądrowego (porowatość całkowita i efektywna, zawartość wody wolnej, kapilarnej i nieredukowalnej). W ramach dodatkowych analiz przeprowadzono badania laboratoryjne przepuszczalności absolutnej w skali nano-Darcy, a także granulometrii. Rentgenowska tomografia komputerowa dała możliwość interpretacji jakościowej wykształcenia przestrzeni porowej oraz mikroszczelin, a także formy występowania pirytu w skale. Interpretacja ilościowa obrazów tomograficznych dostarczyła parametrów geometrycznych porów, pirytów i mikroszczelin, tj. wielkości porów i kryształów pirytów, mikroszczelin itp. Komplementarna analiza petrofizyczna skał łupkowych, wykonana przy wykorzystaniu różnorodnych metod badawczych, stała się kluczem do zrozumienia budowy wewnętrznej tego typu skał, które wykazują silną heterogeniczność parametrów fizycznych i chemicznych szkieletu ziarnowego i przestrzeni porowej.

Słowa kluczowe: petrofizyka, łupki sylurskie, synklinorium lubelskie, spektrometria magnetycznego rezonansu jądrowego, rentgenowska tomografia komputerowa

### Petrophysical analysis of Silurian shales from the Lublin Synclinorium

Abstract: The results of laboratory measurements of the Silurian formations allow detailed information on the complexity of pore space, the occurrence of microcracks, as well as the presence of pyrite in the rock to be obtained. Three samples of Silurian mudstones from different depths, from one well located in the Lublin synclinorium, were

\* Dr inż., \*\* Mgr inż., \*\*\*\* Prof. dr hab. inż., AGH Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków, e-mail: krakow@agh.edu.pl, puskar@agh.edu.pl, mariusz.jedrychowski@fis.agh.edu.pl, mladniak@agh.edu.pl

\*\*\* Dr inż., EDF Polska, Dział Badań i Rozwoju w Krakowie, e-mail: pawelmadejski@interia.eu

tested for elastic properties, i.e. the longitudinal waves  $P$  and transverse  $S$ , the dynamic moduli: Young, shear, bulk, Poisson ratio and reservoir using nuclear magnetic resonance spectrometry (total and effective porosity, free water, capillary and irreducible water). Additional laboratory analyses of the absolute permeability on a nano-Darcy scale as well as granulometry were performed. X-ray computed tomography provided an opportunity to interpret the qualitative development of porous space as well as the microscopic and forms of pyrite in the rock. The quantitative interpretation of tomographic images provided the geometric parameters of pores, pyrites and microcracks, i.e. the size of pores, pyrite crystals and microcracks. The complementary petrophysical analysis of shale gas deposits, made using a variety of research methods, became the key to understanding the internal structure of this type of rock, which exhibits strong heterogeneity in physical and chemical parameters of the particle's skeleton and pore space.

Keywords: petrophysics, Silurian shales, Lublin synclinorium, nuclear magnetic resonance, X-ray computed tomography

## Wprowadzenie

Niekonwencjonalne systemy węglowodorowe syluru są obiektem zainteresowania ośrodków naukowych i przemysłu naftowego pod kątem oceny perspektywiczności występowania węglowodorów i ich ekonomicznie opłacalnych możliwości wydobycia (Porebski i in. 2013; Podhalańska i in. 2016). Szczegółowa informacja o budowie przestrzeni porowej i szkieletu ziarnowego skał typu *shale gas* możliwa jest do uzyskania dzięki połączeniu wyników badań laboratoryjnych z różnych metod badawczych. W pracy przedstawiono wyniki badań laboratoryjnych z wykorzystaniem spektrometrii magnetycznego rezonansu jądrowego oraz rentgenowskiej tomografii komputerowej (Habrat i in. 2017), badań ultradźwiękowych, przepuszczalności absolutnej i granulometrii.

Celem analiz była komplementarna analiza petrofizyczna skał łupkowych, wykonana przy wykorzystaniu różnorodnych laboratoryjnych metod badawczych oraz próba identyfikacji budowy szkieletu ziarnowego i przestrzeni porowej skał silnie heterogenicznych.

## 1. Materiał i metody

Na materiał badawczy składały się trzy próbki geologiczne, pobrane z otworu wiertniczego zlokalizowanego w synklinorium lubelskim. Głębokość mierzona pobrania próbek wynosiła kolejno: 2385,4, 2385,8 oraz 2500,5 m, co odpowiadało następującym sylurskim wydzieleniom stratygraficznym: przydol (próbka 1 i 2, mułowiec) oraz ludlow (próbka 3, mułowiec).

Właściwości sprężyste oraz zbiornikowe sylurskich próbek geologicznych (walce o średnicy cała) zostały zbadane w Laboratorium Petrofizycznym, działającym w Katedrze Geofizyki na Wydziale Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska AGH w Krakowie, przy użyciu następującej aparatury:

- sprężyste (prędkości fal podłużnych  $P$  i poprzecznych  $S$ , dynamiczne moduły: sprężystości podłużnej (Younga), odkształcenia postaci, odkształcenia objętości, współczynnika Poissona): Ultrasonic Velocity System (ULT-100) firmy GCTS o częstotliwości własnej kryształów wynoszącej 200 kHz (Laboratorium Badań Para-

metrów Sprężystych i Mechanicznych, metodyka pomiarowa według GCTS System CATS Ultrasonics 1.95 Guide and User Manuals z 2004 roku);

- zbiornikowe (porowatość całkowita i efektywna, zawartość wody wolnej, kapilarnej i nieredukowalnej): spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR) ze spektrometrem Maran Ultra 23 MHz firmy Resonance Instruments Ltd. (Laboratorium Badań Parametrów Zbiornikowych, metodyka pomiarowa według Maran Ultra Installation Guide and User Manuals z 2002 roku).

Badania laboratoryjne przepuszczalności absolutnej zostały wykonane na próbkach walcowych o średnicy cała w laboratorium Terra Tek Schlumberger Reservoir Laboratory w Salt Lake City (USA) przy zastosowaniu analizy Tight Rock Analysis (TRA), metody Pressure Decay Permeability (Handwerger i in. 2011; Suarez-Rivera i in. 2012), natomiast granulometrii – w Instytucie Nafty i Gazu-Państwowym Instytucie Badawczym w Krakowie, przy pomocy mikroskopu polaryzacyjnego i płytek cienkich (Folk i Ward 1957; Wentworth 1922).

Rentgenowska tomografia komputerowa (CT) została wykonana na próbkach geologicznych w Laboratorium Mikro i Nano Tomografii na Wydziale Fizyki i Informatyki Stosowanej, AGH w Krakowie i dostarczyła wyników parametrów zbiornikowych (porowatości całkowitej) i geometrycznych, tj. rozmieszczenie porów i porytów w skale. Do badania użyto tomograf Nanotom S 180 n firmy General Electric, z lampą rentgenowską: 57 W i maksymalnym napięciem 180 kV oraz detektorem Hamamatsu 2300 × 2300 pixel 2D (Ham C 7942CA-02). Próbki badane w rentgenowskim tomografie komputerowym miały wielkość okrucha o średnicy około 2 mm w celu uzyskania jak najlepszej rozdzielczości, która w tym wypadku odpowiadała wielkości 800 nm dla jednego piksela obrazu.

## 2. Wyniki badań i analiza

Wyniki badań laboratoryjnych dyfraktometrii rentgenowskiej (XRD) dostarczyły informacji na temat składu mineralnego próbki 3, która składa się w 24% z kwarcu, 11% skaleni, 14% kalcytu, 3% dolomitu, 2% pirytu oraz 46% minerałów ilastych. Analiza granulometryczna wykazała, że analizowane ziarna mineralne w próbkach charakteryzują się średnicą ziaren (GSS) drobnoziarnistego pyłu (tab. 1). Wyszortowanie ziaren mineralnych (GSO) jest umiarkowanie dobre. Próbka 1 (przydol), w porównaniu z próbką 2 (przydol) i 3 (ludlow) wykazuje ujemny rozkład uziarnienia (GSK), czyli występowanie większych średnic ziaren w stosunku do średniej. Pozostałe dwie próbki wykazują w przybliżeniu symetryczny rozkład uziarnienia. Parametr spłaszczenia (GSP) przyjął wartość z zakresu rozkładu mezoskurtycznego średnic ziaren dla wszystkich próbek, który odzwierciedla się w rozkładzie uziarnienia zbliżonym do normalnego.

Prędkości fali  $P$  analizowanych mułowców sylurskich są zbliżone (tab. 2). Najwyższą prędkością fali  $P$  charakteryzuje się próbka 2 (przydol), natomiast najniższą – próbka 3 (ludlow). Próbka 3 wykazuje najniższą prędkość fali  $S$ , w stosunku do dwóch pozostałych próbek. Prędkość rozchodzenia się fal sprężystych zależy od sprężystych właściwości szkieletu ziarnowego skały oraz rodzaju i stopnia nasycenia przestrzeni porowej płynem złożowym.

TABELA 1. Wyniki analizy granulometrycznej. Symbole: GSS – średnia średnica ziarna, GSO – wysortowanie, GSK – skośność, GSP – spłaszczenie

TABLE 1. Granulometry. Symbols: GSS – average grain diameter, GSO – standard deviation (sorting), GSK – skewness, GSP – kurtosis

Próbka	GSS		GSO		GSK		GSP	
	wartość phi	interpretacja	wartość	interpretacja	wartość	interpretacja	wartość	interpretacja
1	6,30	drobnoziarnisty pył	0,62	umiarkowanie dobre	-0,12	skośny ujemnie	1,07	mezokurtyczny
2	6,51	drobnoziarnisty pył	0,55	umiarkowanie dobre	0,05	w przybliżeniu symetryczny	0,93	mezokurtyczny
3	6,15	drobnoziarnisty pył fine silt	0,52	umiarkowanie dobre	-0,09	w przybliżeniu symetryczny	1,01	mezokurtyczny

TABELA 2. Wyniki analiz petrofizycznych

TABLE 2. Results of petrophysical laboratory analysis

Próbka Sample	Vp m/s	Vs m/s	Vp/Vs -	E GPa	G GPa	K GPa	v -	Kp1 %	Kp2 %	Kp3 %	KpNMR %	KpefNMR %	k mD	KpCT %
1	4377	2393	1,83	39,17	15,22	30,60	0,29	1,44	0,53	0,03	2,00	0,56	0,002203	2,1
2	4631	1955	2,37	27,19	9,72	41,81	0,39	1,25	0,45	0,02	1,72	0,47	0,002044	2,5
3	4061	1658	2,45	20,35	7,26	33,92	0,40	1,51	0,88	0,01	2,40	0,89	0,000197649	2,4

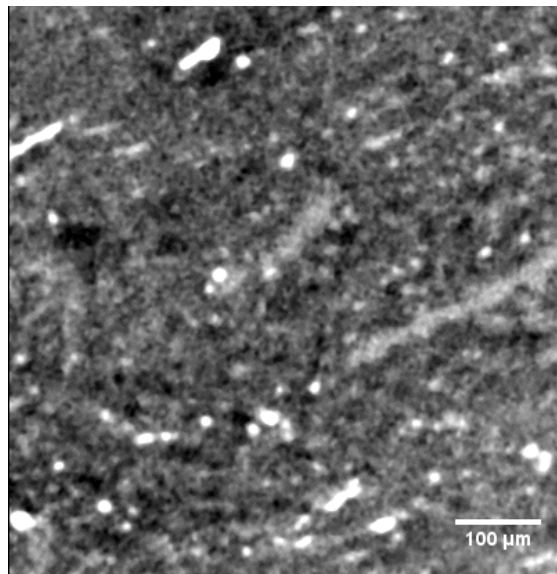
Symbole: Vp – prędkość fali P, Vs – prędkość fali S, E – moduł Younga, G – moduł odkształcenia postaci, K – moduł odkształcenia objętości, v – współczynnik Poissona, Kp1 – zawartość wody w minerałach ilastych z NMR, Kp2 – zawartość wody kapilarnej z NMR, Kp3 – zawartość wody wolnej z NMR, KpNMR – porowatość całkowita z NMR, KpefNMR – porowatość efektywna z NMR, k – przepuszczalność absolutna, KpCT – porowatość całkowita z CT.

Dynamiczne moduły sprężyste, wyznaczone na bazie gęstości objętościowej i prędkości fal P i S, informują o sprężystych właściwościach analizowanych próbek. Najwyższy moduł sprężystości podłużnej (E) i najniższy współczynnik Poissona (v) zaobserwowano w próbce 1. Względnie wysokimi modułami sprężystości postaci (G) i objętości (K) charakteryzuje się próbka 2, natomiast niskimi – próbka 1.

Analiza właściwości zbiornikowych metodą spektrometrii magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR) wykazała, że najwyższą porowatością całkowitą i efektywną charakteryzuje się próbka 3 (ludlow), wynosząc 2,4%. Najniższą porowatością, wynoszącą 1,72% – całkowitą i 0,47% – efektywną, wykazuje próbka 2. W próbce 3 zaobserwowano największy udział wody związanej w ilach (Kp1). Woda wolna (Kp3) występuje w porównywalnej ilości we wszystkich analizowanych próbkach. Przepuszczalność absolutna przyjmuje porównywalne wartości w próbkach 1 i 2, w próbce 3 wartość jest najmniejsza, rzędu nano-Darcy. Wyznaczono także porowatość całkowitą z rentgenowskiej tomografii komputerowej (CT) na podstawie uzyskanych obrazów tomograficznych. Najwyższą porowatością całkowitą charakteryzuje się próbka 2, najniższą – próbka 1. W porównaniu z wynikami z NMR, po-

rowatość całkowita wyznaczona z CT przyjmuje wartości zbliżone we wszystkich próbkach (zakres od 2,1–2,5%).

Niezaprzeczalną zaletą rentgenowskiej tomografii komputerowej jest możliwość interpretacji jakościowej i ilościowej przestrzeni porowej, z uwzględnieniem parametrów geometrycznych, tj. średnice porów, rozwartość szczelin (Krakowska i in. 2016). Na rysunkach 1–3 zaprezentowano dwuwymiarowe przekroje szkieletu mineralnego i przestrzeni porowej próbek. Białe elementy na obrazie przedstawiają minerały odznaczające się najwyższą gęstością, w tym wypadku piryty, natomiast czarne elementy to pory i mikroszczeliny. We wszystkich próbkach widoczne jest występowanie mikrolamin z pirytami, którym towarzyszą pory wydłużone w kierunku występowania mikrolamin. W próbce 2 zaobserwowano mikroszczeliny o rozwartości około 15  $\mu\text{m}$ , które ciągną się wzdłuż mikrolamin pirytowych.

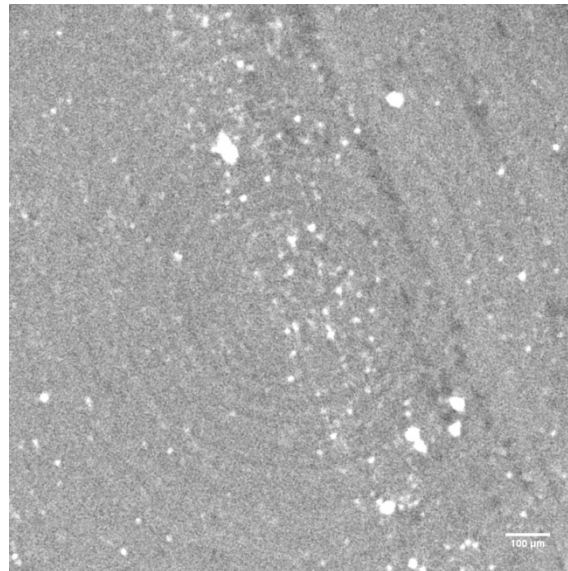


Rys. 1. Przekrój 2D z CT, próbka 1. Kolor biały – piryty, kolor czarny – pory

Fig. 1. 2D slice from CT, sample 1. White color – pyrite, black color – pores

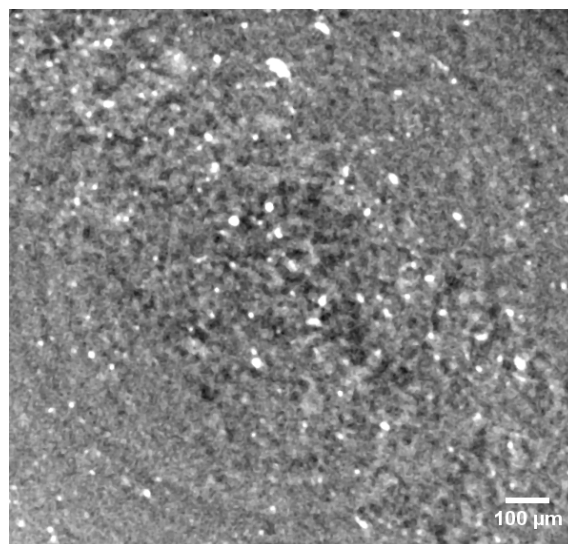
Rysunek 4 przedstawia trójwymiarowy obraz przestrzeni porowej próbki 1, wykonany w programie poROSE. Został on stworzony do interpretacji jakościowej i ilościowej obrazów skał. Przestrzeń porowa została podzielona na obiekty o danej objętości. Kolorem czerwonym oznaczone są pory o objętościach 0–99 wokseli, pomarańczowym – 100–999 wokseli i żółtym – 1000–9999 wokseli. Analizowane próbki charakteryzują się głównie występowaniem porów z zakresów najmniejszych objętości, czyli 0–99 wokseli (1 woksel to 800x800x800 nm). W prawym górnym rogu widoczna jest analizowana próbka 1 w wizualizacji trójwymiarowej, w skali szarości.

Ilościowa interpretacja przestrzeni porowej polega na określeniu parametrów geometrycznych porów i szczelin. Na rysunku 5 zestawiono średnice Fereta (średnica suwmiarkowa, maksymalna średnica obiektu analizowanego w 3D) wyznaczone dla porów, natomiast



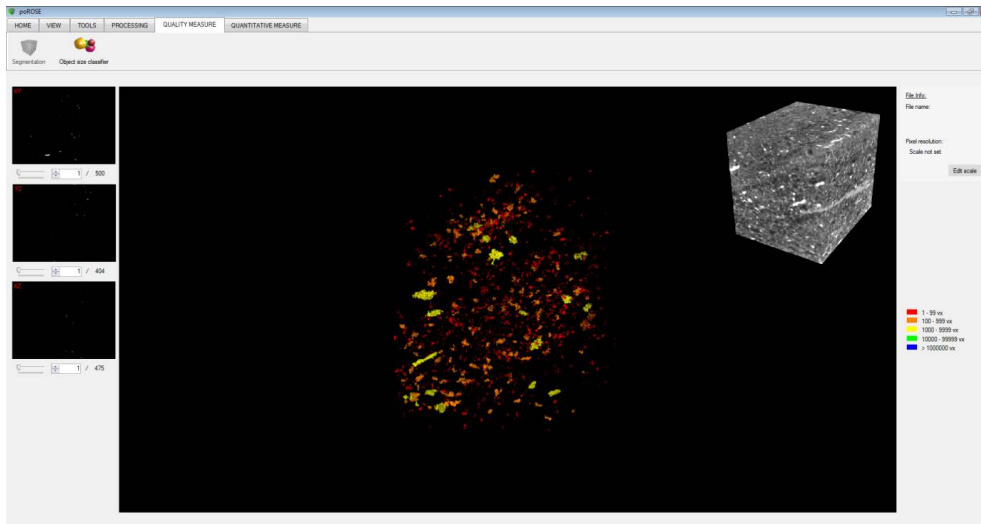
Rys. 2. Przekrój 2D z CT, próbka 2. Kolory jak na rys. 1

Fig. 2. 2D slice from CT, sample 2. Colors as in Fig. 1



Rys. 3. Przekrój 2D z CT, próbka 3. Kolory jak na Fig. 1

Fig. 3. 2D slice from CT, sample 3. Colors as in Fig. 1



Rys. 4. Obraz 3D przestrzeni porowej z CT, próbka 1, program poROSE. Kolory: czerwony – 0–99 wokseli, pomarańczowy – 100–999 wokseli, żółty – 1000–9999 wokseli

Fig. 4. 3D visualization of pore space from CT, sample 1, poROSE software. Color code: red – 0–99 voxels, orange – 100–999 voxels, yellow – 1000–9999 voxels

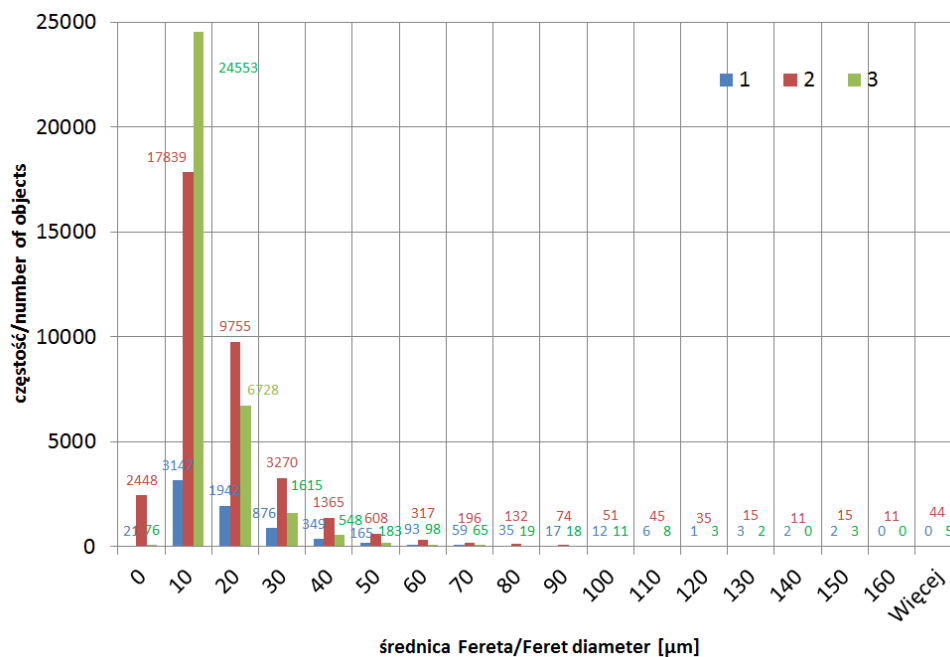


Fig. 5. Średnica Fereta wyznaczona dla porów

Fig. 5. Feret diameter for pores

na rysunku 6 – dla pirytów (kryształy i framboidy pirytowe). Najwięcej porów we wszystkich próbkach zaobserwowano z przedziału średnic 10–20  $\mu\text{m}$ . W próbce 2 widoczne są obiekty o średnicach wyższych niż 170  $\mu\text{m}$ , co odzwierciedla się w licznych mikroszczelinach. Najwięcej pirytów charakteryzuje się średnicami z przedziału 20–30  $\mu\text{m}$  (rys. 6).

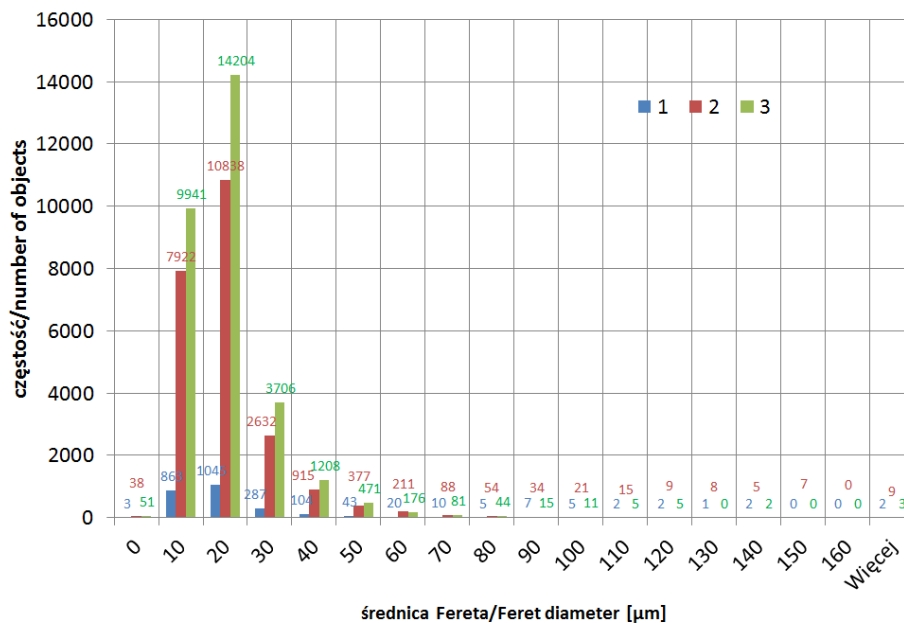


Fig. 6. Średnica Fereta wyznaczona dla kryształów pirytu

Fig. 6. Feret diameter for pyrite crystals

### Podsumowanie i wnioski

Każda z przedstawionych metod badawczych niesie unikatową informację na temat właściwości fizycznych skał. Niektóre, takie jak rentgenowska tomografia komputerowa, pozwalają na jakościową i ilościową analizę przestrzeni porowej i szkieletu mineralnego. Komplementarna interpretacja wyników badań laboratoryjnych z różnych metod pomiarowych jest konieczna, szczególnie w przypadku skał ze złóż niekonwencjonalnych. Próbka 3 (mułowiec, ludlow) wykazuje najwyższą porowatość całkowitą i efektywną z NMR, natomiast najniższą przepuszczalność absolutną. Z analizy CT natomiast wynika, że jest to próbka o najliczniejszym udziale porów o najmniejszych średnicach. Udział pirytów w szkielecie mineralnym tej próbki jest największy. Próbka 2 (mułowiec, przydol) charakteryzuje się najniższą porowatością całkowitą i efektywną z NMR. Jednakże interpretacja obrazów tomograficznych dostarczyła informacji na temat znacznego udziału mikroszczelin w przestrzeni porowej w porównaniu z próbką 1 i 3. W próbce tej zidentyfikowano piryty



z przedziału średnic od 0–160 i powyżej 170  $\mu\text{m}$ . Próbką 1 i 2 (mułowce, przydol) pochodzą z tego samego wydzielenia stratygraficznego, jednakże różnią się znacząco w wykształceniu przestrzeni porowej i szkieletu ziarnowego. W próbce 1 zaobserwowano o wiele mniejszy udział porów i kryształów pirytu w porównaniu z resztą analizowanych próbek.

Komplementarna analiza petrofizyczna skał łupkowych jest kluczowa w zrozumieniu budowy wewnętrznej tego typu skał, które wykazują silną heterogeniczność parametrów fizycznych i chemicznych szkieletu ziarnowego i przestrzeni porowej.

Autorzy pragną podziękować firmie Orlen Upstream Sp. z o.o. za udostępnienie próbek geologicznych z rdzeni wiertniczych oraz wyników badań laboratoryjnych.

Praca została wykonana w ramach programu Lider VI, projekt „Nowatorska metodyka interpretacji niekonwencjonalnych złóż ropy i gazu z wykorzystaniem wyników rentgenowskiej tomografii komputerowej” (umowa LIDER/319/L-6/14/NCBR/2015) finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w Warszawie.

## Literatura

- Folk, R., i Ward, W. 1957. Brazos River bar: a study in the significance of grain size parameters. *Journal of Sedimentary Petrology* 27, s. 3–26.
- GCTS System CATS Ultrasonics 1.95 Guide and User Manuals, 2004.
- Habrat i in. 2017 – Habrat, M., Krakowska, P., Puskarczyk, E., Jędrzychowski, M. i Madejski, P. 2017. The concept of a computer system for interpretation of tight rocks using X-ray computed tomography results: technical note. *Studia Geotechnica et Mechanica* 39(1), s. 101–107.
- Handwerger i in. 2011 – Handwerger, D., Suarez-Rivera, R., Vaughn, K. i Keller, J. 2011. Improved Petrophysical Core Measurements on Tight Shale Reservoirs Using Retort and Crushed Samples. [W:] *SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, 30 październik-2 listopad, Denver, Colorado, USA, SPE 147456, s. 1–19.
- Krakowska i in. 2016 – Krakowska, P., Dohnalik, M., Jarzyna, J. i Wawrzyniak-Guz, K. 2016. Computed X-ray microtomography as the useful tool in petrophysics: a case study of tight carbonates Modryn formation from Poland. *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 31, s. 67–75.
- Maran Ultra Installation Guide and User Manuals, 2002.
- Podhalańska i in. 2016 – Podhalańska, T., Waksmundzka, M., Becker, A., Roszkowska-Remin, J., Dyrka, I., Feldman-Olszewska A., Głuszyński, A., Grotek, I., Janas, M., Karcz, P., Nowak, G., Paczeńska, J., Roman, M., Sikorska-Jaworowska, M., Kuberska, M., Kozłowska, A. i Sobień K. 2016. Strefy perspektywiczne występowania niekonwencjonalnych złóż węglowodorów w kambryjskich, ordowickich, sylurskich i karbońskich kompleksach skalnych Polski – integracja wyników badań. *Przegląd Geologiczny* 64(12), s. 1008–1021
- Porębski i in. 2013 – Porębski, S., Prugar, W. i Zacharski, J. 2013. Łupki sylurskie platformy wschodnioeuropejskiej w Polsce – wybrane problemy poszukiwawcze. *Przegląd Geologiczny* 61, s. 468–477.
- Suarez-Rivera i in. 2012 – Suarez-Rivera, R., Chertov, M., Willberg, D., Green, S. i Keller, J. 2012. Understanding Permeability Measurements in Tight Shales Promotes Enhanced Determination of Reservoir Quality. [W:] *SPE Canadian Unconventional Resources Conference*, 30 październik-1 listopad, Calgary, Alberta, Canada, SPE 162816, s. 1–13.
- Wentworth, C. 1922. A scale of grade and class terms for clastic sediments. *Journal of Geology* 30, s. 377–392.

