

Badania emisji akustycznej i odkształceń generowanych sorpcją i desorpcją gazów przez próbki skalne

Streszczenie. W artykule przedstawiono stanowisko laboratoryjne do badania emisji akustycznej i odkształceń w próbkach geologicznych generowanych procesami sorpcyjnymi. Podano przykładowe wyniki badań sorpcji i desorpcji CO₂ na próbkach węgla z kopalni „Budryk”. Prezentowane wyniki stanowią etap przygotowawczy do planowanych badań na różnego rodzaju łupkach, w tym gazonośnych.

Abstract. This paper presents the laboratory stand for investigation of acoustic emission and expansion/contraction of geological samples subjected to gas sorption – desorption processes. Exemplary results of sorption and desorption of CO₂ on samples of coal from the mine “Budryk” are given. The presented results are preliminary stage to the planned research on various types of shale, including gas-bearing. (**The investigation of the acoustic emission and strain during the gas sorption and desorption on rock samples**)

Słowa kluczowe: emisja akustyczna, odkształcenia objętościowe, sorpcja/desorpcja gazów, pęcznienie węgla.

Keywords: acoustic emission, volumetric strain, sorption/desorption of carbon dioxide, coal swelling.

Wstęp

Zjawisko emisji akustycznej (AE – acoustic emission) objawia się powstaniem i propagacją fal sprężystych wygenerowanych w ośrodku w wyniku zachodzących w nim procesów dynamicznych. Powstawanie sygnału sejsmoakustycznego jest zjawiskiem mechanicznym, determinowanym przez szereg różnych mechanizmów. Do najważniejszych zalicza się procesy związane z deformacją i pękaniem ośrodka (otwieranie się i zaciskanie porów, ruchy dyslokacyjne o zmiennych prędkościach, poślizgi z tarciami, odkształcenia plastyczne i nieplastyczne), przemiany fazowe oraz strukturalne, a także, w mniejszym stopniu, reakcje chemiczne czy zmiany temperatury. Zarówno działające w ośrodku naprężenia jak i stany niestabilne mogą powodować gwałtowne uwolnienie energii kinetycznej w postaci fali akustycznej [1, 2].

Emisję akustyczną opisuje się w dziedzinie czasu i częstotliwości. Widmo częstotliwościowe sygnału sejsmoakustycznego ulega zmianom w bardzo szerokim zakresie, od częstotliwości bliskich zeru (obserwowane w skałach „in situ”) po bardzo wysokie, rzędu kilku MHz (stwierdzone na próbkach geologicznych). Fala, propagując w ośrodku, ulega tłumieniu i filtracji. Dlatego w miarę zwiększania się odległości od źródła w sygnale zaczynają dominować niższe częstotliwości, natomiast w pobliżu źródła rejestrowane są najwyższe częstotliwości. Sygnały emisji akustycznej o częstotliwości powyżej 20 Hz obserwuje się dla najsilniejszych zjawisk dynamicznych, natomiast częstotliwości dochodzące do kilku MHz charakteryzują mikrodeformacje ośrodka.

Sygnały emisji akustycznej wzbudzone są przez procesy i mechanizmy dyskretne w czasie, charakteryzują się zatem określonym czasem trwania oraz energią. W dziedzinie czasu zjawisko AE definiują parametry pojedynczego sygnału (częstotliwość, amplituda, czas trwania, czas narastania itp.) lub parametry grupy sygnałów rejestrowanych w przyjętym interwale czasu. Bardzo duża liczba generowanych przez ośrodek zdarzeń AE powoduje, że niepraktyczna jest analiza każdego z nich z osobna. Do najczęściej wykorzystywanych parametrów grupy impulsów należą:

- aktywność akustyczna - liczba impulsów zarejestrowana w arbitralnie przyjętym oknie czasowym;
- średnia energia sygnału - stosunek energii wyemitowanej w pewnym interwale czasu do liczby impulsów zarejestrowanych w tym samym czasie;
- skumulowana (sumaryczna) energia impulsów od początku rejestracji.

Energia emitowanych sygnałów zmienia się w dość dużym przedziale, od miliona dżuli w przypadku wstrząsów do nawet ułamków dżuli w przypadku sorpcji [1].

Parametry pomiarowe: energia i skumulowana energia emisji akustycznej zostały wybrane nieprzypadkowo. Są one najbardziej użyteczne pod kątem opisu zachowania ośrodków poddanych naprężeniom [2].

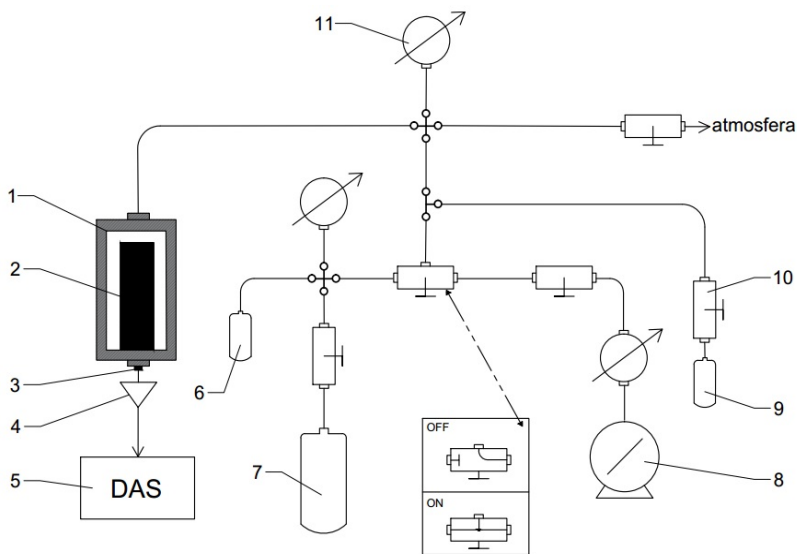
Laboratoryjne badania emisji akustycznej, generowanej procesami sorpcji i desorpcji gazów oraz deformacjami skał poddawanych naprężeniom ściskającym, korelują się z pomiarami górotworu in situ, a także z pomiarami geotechnicznymi. Zjawisko to znalazło szerokie zastosowanie w nieniszczących badaniach materiałów i konstrukcji. W chwili obecnej rejestracja emisji akustycznej wykorzystuje się do predykcji tąpnięć oraz wyrzutów gazów i skał w kopalniach węgla; potencjalnym zastosowaniem jest również ocena możliwości sekwestracji CO₂ w nieeksploatowanych pokładach węgla kamiennego [3 - 7].

Prezentowane w artykule badania na próbkach węgla stanowią wstęp do planowanych pilotażowych badań AE na próbkach łupków w celu określenia sorpcji i desorpcji gazów (określanie pojemności sorpcyjnej łupków). Metoda będzie testowana pod kątem wykorzystania jej do rozpoznania zagadnień akumulacji i uwalniania gazów z pokładów łupków. Obserwacje emisji akustycznej i odkształceń generowanych sorpcją i desorpcją przez próbki łupków są mało rozpowszechnione i niewiele jest publikacji na ten temat. W Polsce badania tego typu nie były do tej pory prowadzone, a ich w dużej mierze niszowy charakter wynika z długotrwałego, czasochłonnego i wymagającego dokładnych pomiarów procesu laboratoryjnego.

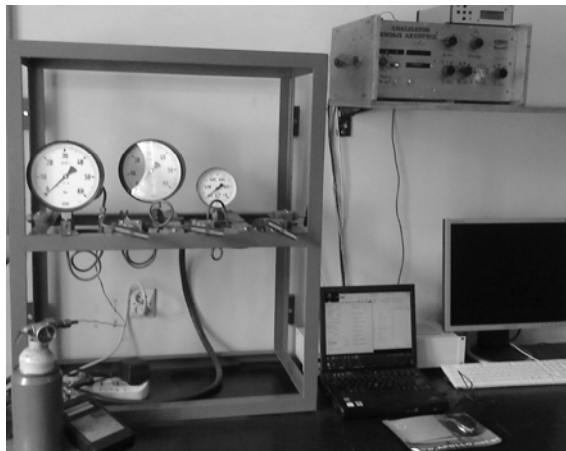
Stanowisko laboratoryjne

Doświadczalne stanowisko do badań emisji akustycznej oraz prototypowa, jednokanałowa cyfrowa aparatura sejsmoakustyczna zostały zaprojektowane i wykonane w Katedrze Geofizyki Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie [8]. Stanowisko pomiarowe, którego schemat przedstawiono na rysunku 1, składa się z komory ciśnieniowo - próżniowej o objętości 96 cm³ połączonej systemem rurek miedzianych i zaworów ciśnieniowo - próżniowych z butlami gazowymi oraz pompą próżniową. Widok części pomiarowej oraz kontroli ciśnień przedstawia rysunek 2. Komora ciśnieniowo - próżniowa (rys. 3) posiada uszczelniony o-ringami stalowy falowód oraz sześć przepustów elektrycznych służących do wyprowadzenia sygnałów do pomiarów odkształceń. Rysunek 4 przedstawia zewnętrzny wygląd hermetycznie zamkniętej

komory pomiarowej z zamontowanym czujnikiem AE. Aparatura seismoakustyczna, przeznaczona zarówno do obserwacji zjawiska emisji akustycznej in situ, jak również do pomiarów w reżimie laboratoryjnym, umożliwia rejestrację podstawowych parametrów emisji akustycznej [9].

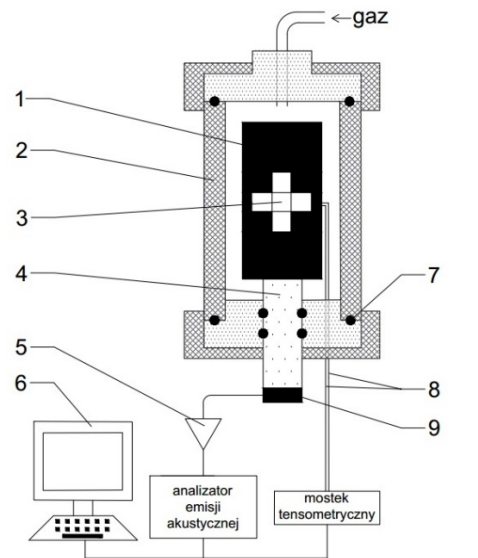


Rys. 1. Schemat stanowiska pomiarowego: 1 - komora ciśnieniowo – próżniowa; 2 - próbka węgla z zamocowanymi tensometrami; 3 - czujnik AE; 4 - przedwzmacniacz; 5 - system akwizycji i analizy danych (DAS - Data Acquisition System); analizator AE, mostek tensometryczny, komputer; 6 - butla stabilizacyjna (0,5 l); 7 - główna butla (10 l); 8 - pompa próżniowa; 9 - butla stabilizacyjna (0,5 l); 10 - zawór ciśnieniowo – próżniowy; 11 - manometr



Rys. 2. Widok ogólny aparatury oraz części stanowiska pomiarowego do kontroli ciśnienia

W ostatnim czasie stanowisko uległo modyfikacji. Jej celem było podniesienie stopnia hermetyczności, bardzo istotnej szczególnie w trakcie odgazowywania próbek, poprzedzającego proces sorpcji/desorpcji gazów. Dotychczasowe lutowane połączenia zastąpiono zostały wysokiej klasy armaturą, umożliwiającą łatwiejszą kontrolę szczelności. Jednak najważniejszą innowacją jest zastosowanie dodatkowego mikroprocesorowego interfejsu w torze do pomiaru energii zdarzeń. Został on zaprojektowany specjalnie dla aparatury używanej w Katedrze Geofizyki AGH w Krakowie. Pierwotny układ całkujący aparatury seismoakustycznej, który obliczał pole powierzchni impulsów znajdujących się ponad pewnym poziomem dyskryminacji, dzielił cały zakres pomiarowy równy 3 V na 10 jednakowych kanałów po 300 mV każdy [8].



Rys. 3. Komora ciśnieniowo – próżniowa: 1 – próbka węgla; 2 – obudowa; 3 – tensometry; 4 – falowód; 5 – przedwzmacniacz; 6 – system akwizycji i analizy danych; 7 – o-ringi; 8 – przewody tensometrów; 9 – czujnik piezoelektryczny



Rys. 4. Wygląd zewnętrzny hermetycznej komory ciśnieniowo-próżniowej do pomiarów AE

Po zastosowaniu interfejsu zakres pomiarowy zwiększył się do 10 V i jest obecnie dzielony na 4000 jednakowych kanałów po 2,5 mV każdy. Rozwiązanie to pozwoliło na uzyskanie danych o energii z kilka tysięcy razy większą rozdzielczością. Interfejs umożliwia bezpośrednio rejestrowanie parametrów emisji: liczby zdarzeń w zadanym interwale $N/\Delta t$, aktywności skumulowanej N_{sk} , energii zdarzeń w interwale $E/\Delta t$, energii średniej E_{sr} , energii skumulowanej E_{sk} , energii średniej skumulowanej $E_{sr/sk}$.

Pomiary emisji akustycznej

Tor pomiarowy aparatury pozwala na obserwację impulsów emisji akustycznej w zakresie częstotliwości od około 100 Hz do 1 MHz, z możliwością ustalania pasma mierzonych częstotliwości. W zakresie tego pasma wykrywane są pojedyncze zdarzenia oraz określana jest cała z dodatniej części mierzonego przebiegu (energia sygnału). Do badań przedstawionych w artykule zastosowano pojedynczy akcelerometr piezoelektryczny typu SE1000-HI amerykańskiej firmy DECI z wbudowanym wzmacniaczem 20 dB. Pasma przenoszenia czujnika jest w przybliżeniu liniowe w przedziale 15 – 280 kHz.

Stanowisko umożliwia rejestrację AE i odkształceń próbek indukowanych zarówno pojedynczym („czystym”)

gazem jak i mieszaninami gazów o kontrolowanym składzie. Do badań przedstawionych w artykule wykorzystany został dwutlenek węgla o stopniu czystości 4, pod ciśnieniem 4 MPa (40 atm.)

Procedura pomiarowa bazująca na dotychczasowych doświadczeniach [5, 6] obejmuje następujące etapy:

1. Umieszczenie przygotowanej próbki węgla w komorze ciśnieniowo - próżniowej. Próbka posiada kształt prostopadłościanu o podstawie 20 x 20 mm i wysokości 40 mm (tzw. smukłość 2). Próbka zostaje przyklejona do falowodu u podstawy komory

2. Próbka zostaje poddana kilkudniowemu odgazowaniu. Na innych tego typu stanowiskach, dzięki zastosowaniu dwustopniowych pomp próżniowych, możliwe jest uzyskanie próżni końcowej 10^{-5} Tr, a proces odgazowania trwa zwykle 1-2 dni. Zainstalowana na omawianym stanowisku pomiarowym jednostopniowa pompa umożliwia uzyskanie próżni o wartości jedynie 10^{-3} Tr. Z tego względu proces odgazowania został eksperymentalnie wydłużony do co najmniej 7 dni.

3. Kolejnym, najważniejszym etapem badań jest podanie do komory gazu (gazów), aż do osiągnięcia wewnątrz niej ciśnienia 4 MPa. Rejestracja emisji akustycznej obejmuje: moment napełniania komory gazem (kilka minut), właściwy etap (ok. 200 godzin) sorpcji gazu przez próbkę i kończy się w momencie zaniku emisji generowanej sorpcją. Świadczy to o uzyskaniu pełnej pojemności sorpcyjnej próbki danego typu węgla.

4. Opróżnienie komory z gazu (gazów) do wyrównania z ciśnieniem atmosferycznym w trakcie którego rejestruje się emisję akustyczną generowaną procesami desorpcji. Poziom zaniku emisji świadczący o zakończeniu procesu desorpcji trwa znacznie krócej, zazwyczaj mniej niż 24 godziny.

Prezentowane stanowisko umożliwia badania zarówno procesów emisji akustycznej w trakcie pojedynczych sorpcji i desorpcji, jak i badania cykliczne.

Pomiary odkształceń

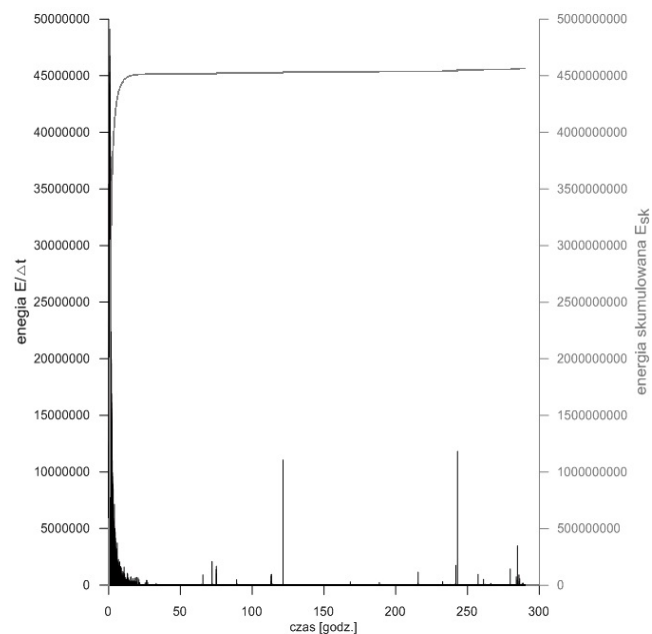
Obserwacje emisji akustycznej prowadzone są równoległe z dokładnymi pomiarami odkształceń. Na ściankach próbki węgla, przed przyklejeniem jej do falowodu komory ciśnieniowo - próżniowej, zostają umieszczone cztery tensometry typu RL (produkcji Spółdzielni „Techno – Mechanik” z Gdańska). Są to tensometry kratowe, w których siatka rezystancyjna w postaci szeregu równoległych drutów połączonych cienką taśmą metalową naklejona jest na podkładkę nośną wykonaną z papierowej bibułki [10]. Klej celulozowy, wykorzystywany do naklejania tensometrów, zapewnia bardzo dobre połączenie siatki rezystancyjnej z podłożem, a ponadto charakteryzuje się małym pełzaniem w stanie naprężenia i małą histerezą. Szybkoschnący klej nie wnika zbyt głęboko w strukturę próbki węgla i nie zmienia w istotny sposób jej właściwości [11]. Wszystkie cztery tensometry umieszczone są w połowie wysokości próbki: jedna para zgodnie z warstwowaniem próbki węgla (tensometry „podłużne”), druga para prostopadle do warstwowania (tensometry „poprzeczne”). Tak umieszczone tensometry umożliwiają pomiar odkształceń podłużnych i poprzecznych oraz obliczenie odkształceń objętościowych ze wzoru:

$$(1) \quad \varepsilon_v = \varepsilon_l + 2\varepsilon_p$$

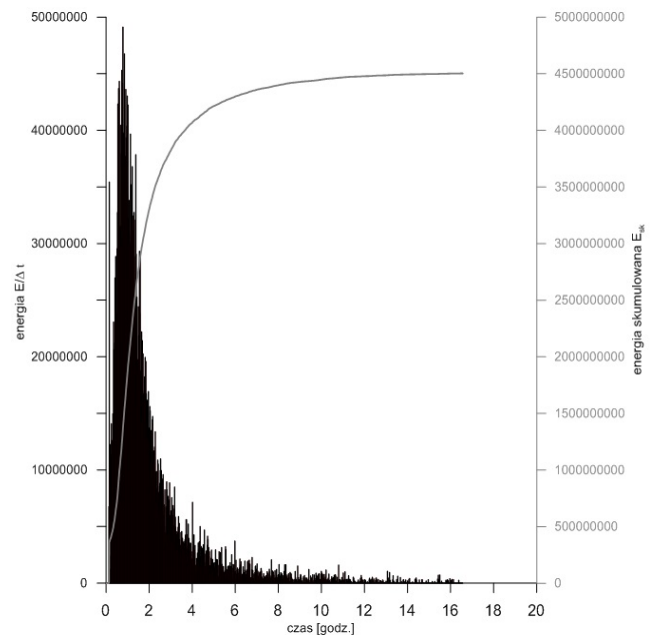
gdzie: ε_v – odkształcenia objętościowe, ε_l – odkształcenia podłużne, ε_p – odkształcenia poprzeczne.

Końcówki tensometrów lutowane są do przepustów w obudowie komory. Obie pary tensometrów łączone są

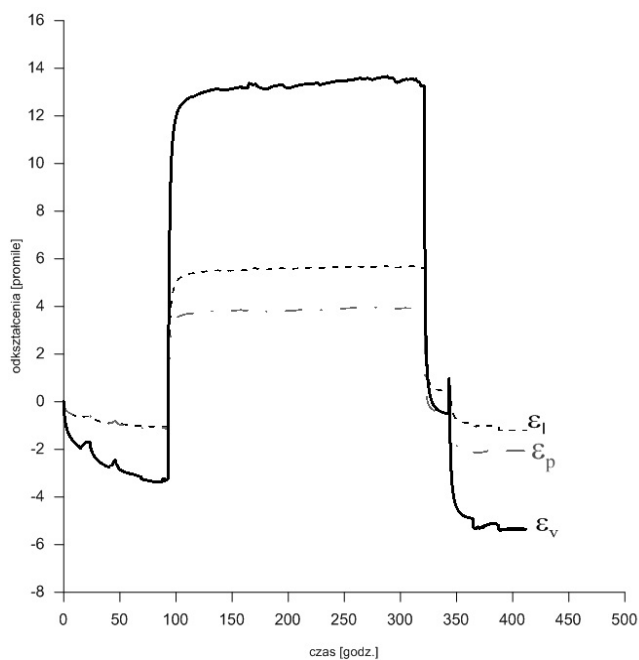
szeregowo. Uzupełnieniem tak utworzonego ćwierćmostka do układu pełnomostkowego jest sześć par wzajemnie prostopadłych tensometrów (trzy pozostałe ramiona mostka) naklejonych na trzech bliźniaczych próbkach węgla. Mostek pomiarowy został podłączony do miernika SGM-1C81, skonstruowanego w Instytucie Mechaniki Górniczo PAN w Krakowie. Miernik ten jest urządzeniem czterokanałowym (w prezentowanych badaniach wykorzystano tylko dwa z nich) i służy do pomiarów lokalnych odkształceń statycznych lub wolnozmiennych. Cykle pomiarowe wykonywane są z częstotliwością sześć pomiarów na sekundę. Wzmocnienie dla każdego z czterech kanałów jest równe 1000 V/V. Zakres pomiarowy miernika SGM-1C81 wynosi $\pm 4\%$ przy stałej tensometru 2, a rozdzielczość zapisu 0,001 %.



Rys. 5. Energia i energia skumulowana AE podczas sorpcji CO₂ przez próbkę węgla [arbitralne jednostki aparaturowe]



Rys. 6. Sorpcja na próbce węgla – pierwsze 20 godzin [arbitralne jednostki aparaturowe]



Rys. 7. Odkształcenia w trakcie odgazowania, sorpcji i desorpcji CO₂ przez próbkę węgla

Wyniki pomiarów testowych

Na rysunkach 5, 6 i 7 przedstawiono wyniki testowej rejestracji emisji akustycznej i odkształceń na próbce węgla w czasie sorpcji CO₂, wykonanych na opisywanym stanowisku laboratoryjnym. Próbka węgla pochodzi z KWK „Budryk”.

W pierwszym etapie procedury pomiarowej zastosowano blisko 100 godzinny proces odgazowania, w czasie którego rejestrowane były odkształcenia próbek, ale nie rejestrowano emisji akustycznej. Natomiast obserwacja sygnałów emisji akustycznej w zasadniczym etapie badań trwała nieprzerwanie przez 300 godzin. Rejestracja odkształceń, obejmująca również etap odgazowania, była więc prowadzona przez 400 godzin.

Przedstawione na rysunkach 5 i 6 wykresy pokazują gwałtowny wzrost energii oraz bardzo wysokie wartości energii skumulowanej. Im większa jest energia skumulowana AE badanych próbek, tym większa jest ich pojemność sorpcyjna gazu. Ma to istotne znaczenie w próbach predykcji tak gwałtownych zjawisk, jak wyrzuty gazów i skał. Przekłada się to m.in. na bezpieczeństwo eksploatacji podziemnej złóż węgla kamiennego.

Podsumowanie

Analiza zarejestrowanych przebiegów wskazuje na prawidłowe działanie wszystkich torów pomiarowych. Wartości liczbowe aktywności, a jeszcze bardziej energii są około 10⁵ razy większe niż rejestrowane starym torem pomiarowym [12]. Świadczy to niewątpliwie o uzyskaniu znacznie wyższej rozdzielczości zarówno liczby impulsów jak i ich energii. Należy podkreślić, że kształt i charakter krzywych jest podobny do uzyskiwanych w pomiarach przeprowadzonych przed przebudową. W najbliższym czasie planowane jest przeprowadzenie kolejnych rejestracji emisji akustycznej na świeżo pobranych próbkach węgla z KWK „Zofiówka”, z pochylni badawczo – wentylacyjnej D-2.

Pozytywne wyniki tych badań stanowić będą potwierdzenie koncepcji planowanej dalszej przebudowy

stanowiska pomiarowego, umożliwiającej jednoczesny pomiar ilościowy sorbowanego gazu w trakcie monitoringu sorpcji metodami pośrednimi.

Docelowo planuje się prowadzenie badań także na łupkach gazonośnych. Takie badania mogą się przyczynić do optymalizacji technologii eksploatacji niekonwencjonalnych złóż gazu ziemnego.

Artykuł powstał w ramach badań statutowych Katedry Geofizyki WGGiOŚ AGH nr: 11.11.140.769.

LITERATURA

- [1] Ziętek J., Sejsmoakustyczna charakterystyka układu węgla kamienny – gaz, rozprawa doktorska, Kraków (1996)
- [2] Hardy H.R., Acoustic Emission Microseismic Activity, vol. 1: Principles, Techniques, and Geotechnical Applications, A.A. Balkema Publishers, Rotterdam (2003)
- [3] White C.M., Smith D.H., Jones K.L., Goodman A.L., Jikich S.A., LaCount R.B., DuBose S.B., Ozdemir E., Morsi B.I., Schroeder K.T., Sequestration of carbon dioxide in coal with enhanced coalbed methane recovery – a review, *Energy & Fuels*, 19 (2005), 659 – 724
- [4] Majewska Z., Majewski S., Ziętek J., Zastosowanie zjawiska emisji akustycznej do badania układu węgla kamienny – gazy kopalniane w aspekcie sekwestracji CO₂ w pokładach węgla, *Przeгляд Górniczy*, vol. 70 (2014), n. 7 (1100), 1 – 11
- [5] Majewska Z., Ziętek J., Acoustic emission and sorptive deformation induced in coals of various rank by the sorption – desorption of gas, *Acta Geophysica*, vol. 55 (2007) n. 3, 324 – 343
- [6] Majewska Z., Ziętek J., Changes of acoustic emission and strain in hard coal during gas sorption – desorption cycles, *International Journal of Coal Geology*, 70 (2007), 305 – 312
- [7] Majewska Z., Majewski S., Ziętek J., Swelling of coal induced by cyclic sorption/desorption of gas: Experimental observations indicating changes in coal structure due to sorption of CO₂ and CH₄, *International Journal of Coal Geology*, 83 (2010), 475 – 483
- [8] Marczak H., Majewska Z., Panasiewicz A., Prototypowa aparatura sejsmoakustyczna do obserwacji wysokoczęstotliwościowych impulsów emisji akustycznej, Materiały Krajowej Konferencji Naukowo - Technicznej – Zastosowanie Metod Geofizycznych w Górnictwie Kopalni Stałych, Jaworze, T.II (1985), 365 – 370
- [9] Ziętek J., Zmiany emisji akustycznej węgla kamiennego w trakcie konkurencyjnej sorpcji metanu i ditlenku węgla, *Geologia*, Akademia Górniczo-Hutnicza, T.27 (2001), 615 – 624
- [10] Kanciruk A., Urządzenia do pomiarów wielkości mechanicznych i temperatury przy użyciu przetworników rezystancyjnych i przykłady ich zastosowania, Instytut Mechaniki Górotworu PAN, Kraków (2009)
- [11] Roliński Z., Tensometria oporowa. Podstawy teoretyczne i przykłady zastosowań, WNT, Warszawa (1981)
- [12] Majewska Z., Ceglarska – Stefańska G., Majewski S., Ziętek J., Binary gas sorption/desorption experiments on a bituminous coal: Simultaneous measurements on sorption kinetics, volumetric strain and acoustic emission, *International Journal of Coal Geology*, 77 (2009), 90-102

Autorzy: mgr inż. Anna Strzępowicz, dr inż. Jerzy Ziętek, dr inż. Marcin Zych, AGH Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków. E-mail: strzepowicz@geol.agh.edu.pl, zietek@geol.agh.edu.pl, zych@geol.agh.edu.pl; dr inż. Robert Hanus, Politechnika Rzeszowska, Wydział Elektrotechniki i Informatyki, al. Powstańców Warszawy 12, 35-959 Rzeszów. E-mail: rohan@prz.edu.pl