

Разработка и изготовление стандартных образцов предприятия для калибровки скважинных измерителей магнитной восприимчивости

И.И. Глухих, А.П. Хейнсон, О.Л. Сокол-Кутыловский, Л.Г. Строкина (Институт геофизики УрО РАН)
А.С. Соболев (Уральский научно-исследовательский институт метрологии), Екатеринбург

Идет заседание Ученого совета института.
Окончен доклад. Вопрос к докладчику:
- Иван Иванович, так что Вы все же измеряете?
- Николай Николаевич, не знаю что....
- но зато с очень большой точностью...

Из академического фольклора (быль).

Одним из методов разведки полезных ископаемых, применяемых в разведочной геофизике, является измерение магнитной восприимчивости горных пород, слагающих стенки разведочных скважин, которая может отражать наличие и содержание искомого компонента.

Измерение магнитной восприимчивости горных пород производится скважинными приборами (зондами) [1]. Проведение калибровки зондов возможно только с помощью стандартных образцов магнитной восприимчивости, имитирующих скважину.

В Институте геофизики Уральского отделения РАН совместно с Уральским НИИ метрологии был разработан комплект стандартных образцов магнитной восприимчивости для диапазона от $4 \cdot 10^{-4}$ до $25 \cdot 10^{-3}$ единиц магнитной восприимчивости СИ (ед. м. в. СИ) с ее распределением по образцам следующим образом:

СО № 1- $\sim 40 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ;

СО № 2- $\sim 500 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ;

СО № 3- $\sim 1000 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ;

СО № 4- $\sim 2500 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ.

При разработке и изготовлении комплекта были решены следующие задачи:

- 1) выбор материалов, определяющих магнитную восприимчивость образцов;
- 2) определение геометрических размеров образца;
- 3) выбор материала корпуса;
- 4) разработка методики подготовки материала для заполнения СОП;
- 5) выбор метода и оборудования для измерения магнитной восприимчивости материала и разработка методики проведения измерений;
- 6) определение погрешности отбора пробы для проведения измерений;
- 7) обработка результатов измерений;
- 8) определение погрешностей измерения магнитной восприимчивости материала стандартных образцов;

9) присвоение значений магнитной восприимчивости и погрешности стандартным образцам.

Выбор материала, определяющего основные магнитные свойства стандартных образцов, производился, исходя из следующих критериев:

- 1) экологическая безвредность;
- 2) долговременная стабильность физических свойств;
- 3) высокое удельное электрическое сопротивление;
- 4) однородность состава;
- 5) доступность;
- 6) стоимость.

Для первого образца был принят односоставный наполнитель – соль Мора ($\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Соль Мора парамагнетик,

по данным литературных источников её магнитная восприимчивость составляет $40 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ [2].

Для диапазона магнитной восприимчивости от $5 \cdot 10^{-3}$ до $25 \cdot 10^{-3}$ ед. м. в. СИ и выше не известны парамагнитные материалы. Было принято решение о применении смеси ферромагнетика и парамагнетика с малой (порядка $1 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ) магнитной восприимчивостью. В качестве ферромагнетика был выбран природный магнетит (Fe_3O_4). Магнетит обладает стабильными магнитными свойствами и может применяться в качестве эталонного вещества [3]. Для работы был принят магнетит Качканарского месторождения в виде промпродукта (кека) в порошковом состоянии. В диапазоне напряженности магнитного поля от 0 до 4000 А/м, характеристика намагниченности его линейна и магнитная восприимчивость изменяется от 0,8 до 0,81 ед. м. в. СИ, т. е. приблизительно на 1 % [4].

В качестве основного наполнителя был выбран порошок плавленного периклаза (MgO) производства Богдановичского АО «Огнеупоры». По литературным источникам плавленный периклаз обладает высокой стабильностью физико-химических свойств [5].

Многочисленные исследования, проведенные на макетах в ВИРГе и в Институте геофизики УрО РАН в шестидесятых годах с целью определения величины «промагничиваемого» объема при каротаже скважин, установили, что макси-

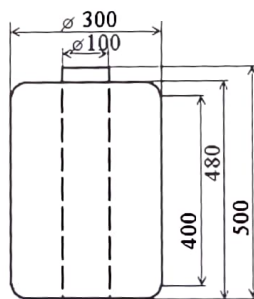


Рис. 1. Вид корпуса СО.

мальная глубина измеряемого слоя породы слагающей стенки скважины составляет от 20 до 30 % от общей длины зонда, а высота слоя примерно равна длине зонда. На основании этих исследований были приняты размеры СО. Схематичный чертеж корпуса показан на рис. 1.

Корпуса СО были изготовлены из поликарбоната и пропилена методом склейки.

Стандартные образцы заполнялись смесью порошков плавленного периклаза и магнетита. Исходя из возможностей ручного перемешивания, с целью достижения однородности состава, объем однократного замеса (слоя) был установлен в 2 дм³. Объемное соотношение между магнетитом и периклазом подбиралось расчетным путем. В дальнейшем это соотношение уточнялось по



МЕТРОЛОГИЯ В ГЕОФИЗИКЕ
ПРИБОРЫ И СИСТЕМЫ



измерениям магнитной восприимчивости.

Была принята следующая технология заполнения корпусов СО

1) отмеренное количество периклаза и магнетита тщательно перемешивалось;

2) отбиралась проба, проводились измерения магнитной восприимчивости на установке для измерения магнитной восприимчивости;

3) проба возвращалась в замес и отбиралась следующая (всего три пробы на замес);

4) по измеренной величине магнитной восприимчивости проводилась коррекция состава замеса (в случае необходимости);

5) в замес добавлялась эпоксидная смола в количестве 10 % от объема замеса, всё перемешивалось, и отбиралась контрольная проба объемом 340 см³;

6) заполнение СО велось послойно, каждый замес укладывался в корпус СО и тщательно утрамбовывался деревянным пестом до «отскока», т.е. до состояния, когда удар пестом не оставлял следов на трамбуемой поверхности. Контроль плотности укладки был произведен после полного заполнения всех СО определением их массы. Масса каждого СО оказалась равной 49 кг, что соответствует плотности 2,2 г/см³ (удельная плотность периклаза 2,4 г/см³).

Для измерения магнитной восприимчивости была принята схема измерения, показанная на рис. 2. Установка содержит два одинаковых соленоида 1 и 3, поля которых включены встречно. Один из них намагничивающий, второй компенсационный. Между ними расположен датчик магнитного поля 4. Для компенсации поля намагничивания, создаваемого исследуемым образцом, установлена катушка компенсации поля образца 5. В качестве датчика (нуль-индикатора) магнитного поля 4 применен преобразователь магнитной индукции на основе кольцевого сердечника из аморфного ферромагнитного сплава Fe₅Co₇₀Si₁₅B₁₀, работающий в режиме периодического насыщения (феррозонд). Равенство магнитных индукций полей рассеивания фиксируется нуль-индикатором. Коэффициент преобразования установки определялся посредством градуировки ее с применением сферического образца из ферромагнитного материала порошкообразного феррита с магнитной проницаемостью на уровне 600 ед. м. проницаемости СИ. Магнитная проницаемость сферического образца такого феррита $\mu_r = 2,99$ ед. м. проницаемости СИ. Так как магнитная проницаемость связана с магнитной восприимчивостью соотношением $\mu_r = 1 + \chi$, то магнитная восприимчивость сферического образца из этого же материала $\chi_r = 1,99$ ед. м. в. СИ.



Когда вещества много больше проницаемости формы $k = 1/N$ (N - коэффициент размагничивания, равный для сферы 1/3), то есть для материалов с высокой магнитной проницаемостью при $\mu_r \rightarrow \infty$, магнитная проницаемость и восприимчивость тела μ_r стремится к k и $\chi_r \rightarrow k-1$. В другом предельном случае, то есть для слабомагнитных материалов, когда $k \gg \mu_r$, имеем $\mu_r \rightarrow \mu_r$ и $\chi_r \rightarrow \chi_r$ [6].

Для сферического образца условие $k \gg \mu_r$ выполняется для значений $\mu_r \leq 1,03$ и $\chi_r \leq 0,03$. Когда $\mu_r = 1,03$ и $\chi_r = 0,03$ магнитная проницаемость и магнитная восприимчивость тела отличаются от магнитной проницаемости и магнитной восприимчивости вещества на 1,0 %. Для меньших значений μ_r и χ_r это различие еще меньше. Так, при $\mu_r = 1,025$ и $\chi_r = 0,025$ μ_r и χ_r отличаются от μ_r и χ_r на 0,8 %, при $\mu_r = 1,01$ и $\chi_r = 0,01$ на 0,3 %, а при $\mu_r = 1,005$ и $\chi_r = 0,005$ на 0,2 %.

Основными факторами, влияющими на величину ошибки при измерениях на установке, являются:

нестабильность тока в соленоидах;
неопределенность местоположения датчика нуль-индикатора;

разброс значений объема материала, помещаемого в колбу (градуировочного и стандартного образцов);

вариации горизонтальной составляющей внешнего магнитного поля;

погрешность пробоотбора.

Нестабильность тока в соленоидах была принята $\delta_t = 0,1$ %.

Неопределенность расстояния от центра намагничивающего соленоида до датчика нуль-индикатора $\delta_{\text{сдв}} = 1,14$ %. Поскольку эта погрешность присутствует при градуировке и при измерении, то она удваивается.

Разброс значений объема материала помещаемого в колбу (калибровочного и стандартного образцов) определяется неопределенностью фиксации уровня материала в горловине колбы. Диаметр горловины колбы 26 мм, неопределенность фиксации уровня 1 мм, объем колбы 310 см³.

После вычисления имеем $\delta_{\text{кол}} = 0,5$ %.

Измеренные вариации горизонтальной составляющей магнитного поля на установке составили 50 нТл (максимальная оценка). Индукция полей рассеяния составляет для измеряемых образцов:

$$\text{СО №2 } 1000 \text{ нТл}; \quad \delta_{\text{СО №2}} = \frac{50}{1000} 100\% = 5\%;$$

$$\text{СО №3 } 2000 \text{ нТл}; \quad \delta_{\text{СО №3}} = \frac{50}{2000} 100\% = 2,5\%;$$

$$\text{СО №4 } 5000 \text{ нТл}; \quad \delta_{\text{СО №4}} = \frac{50}{5000} 100\% = 1\%.$$

Погрешность пробоотбора определялась по методике [7].

СО №2	$\delta_{\text{проб2}} = 0,2$ %
СО №3	$\delta_{\text{проб3}} = 0,15$ %
СО №4	$\delta_{\text{проб4}} = 0,07$ %

Результаты определения погрешностей пробоотбора для каждого СО:

Эти ошибки являются максимальными оценками.

Метрологическими характеристиками каждого СО являются: магнитная восприимчивость материала СО и величина относительной погрешности определения этой магнитной восприимчивости при доверительной вероятности 0,95. Данная погрешность включает две составляющие: случайную погрешность и не исключенные систематические погрешности.

В табл. 1 приведены основные источники не

Таблица 1. Показатели успешности геологоразведочных работ на территории ХМАО (по данным научно-аналитического центра им. В. И. Шпилемана)

Наименование источника не исключенной систематической погрешности		Значение погрешности i , %
1. Класс точности измерительного шунта	$\delta_{ш}$	0,5
2. Класс точности образцовой меры сопротивления	$\delta_{ом}$	0,1
3. Погрешность вольтметра	$\delta_{вм}$	0,1
4. Нестабильность тока в соленоидах	δ_i	0,1
5. Неопределенность местоположения датчика нуль-индикатора при градуировке	$\delta_{гидв}$	1,2
6. Неопределенность местоположения датчика нуль-индикатора при измерении	$\delta_{ислн}$	1,2
7. Разброс значений объема материала градуировочного образца, помещаемого в круглодонную колбу	$\delta_{гкол}$	0,5
8. Разброс значений объема материала стандартного образца, помещаемого в круглодонную колбу	$\delta_{вкол}$	0,5
9. Погрешность пробоотбора для СО № 2	$\delta_{отб 2}$	0,2
10. Погрешность пробоотбора для СО № 3	$\delta_{отб 3}$	0,15
11. Погрешность пробоотбора для СО № 4	$\delta_{отб 4}$	0,07
12. Влияние вариаций горизонтальной составляющей внешнего магнитного поля для СО № 2	$\delta_{СО \text{ №} 2}$	5
13. Влияние вариаций горизонтальной составляющей внешнего магнитного поля для СО № 3	$\delta_{СО \text{ №} 3}$	2,5
14. Влияние вариаций горизонтальной составляющей внешнего магнитного поля для СО № 4	$\delta_{СО \text{ №} 4}$	1

исключенных систематических погрешностей и значения этих погрешностей.

После вычисления были получены следующие значения не исключенной систематической погрешности:

для СО № 2 - 6,0 %;

для СО № 3 - 3,5 %;

для СО № 4 - 2,5 %

при доверительной вероятности 0,95.

Магнитная восприимчивость материала СО № № 2 - 4 определялась расчетно-экспериментальным методом. По каждому СО проведено 3520 замеров.

Оценки случайной погрешности для материала СО № № 2 - 4 и в процентах составляют:

для СО № 2 - $\delta_s = 0,35$ %;

для СО № 3 - $\delta_s = 0,23$ %;

для СО № 4 - $\delta_s = 0,61$ %.

Из сравнения величин не исключенной систематической погрешности и случайных погрешностей следует, что не исключенная систематическая погрешность существенно превышает случайную погрешность. Случайной погрешностью можно пренебречь и в качестве предела основной погрешности для СО № № 2, 3 принять величину не исключенной систематической погрешности, т.е. для -СО № 2- 6,0 %, для -СО № 3 - 3,5 % при доверительной вероятности 0,95. Для СО № 4 погрешность принята 3,0 % при доверительной вероятности 0,95.

Основное требование к стандартным образцам неизменность аттестованного параметра во времени, т.е. в нашем случае стабильность во времени магнитной восприимчивости СО. Из-за большого объема СО (22 дм³) прямой контроль магнитной восприимчивости невозможен. Было решено проводить косвенный контроль по образцам-свидетелям. Для этого при заполнении СО из каждого слоя отбирался образец объемом 340 см³. Отобранный материал укладывался в форму для формирования шара. По этой методике на каждый СО было изготовлено по 11 образцов-свидетелей.

Разработан комплект стандартных образцов

магнитной восприимчивости с аттестованным значением:

СО № 1: материал образца соль Мора в порошкообразном состоянии ($\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ГОСТ 4208-72, марка ч.д.а), магнитная восприимчивость $\chi_{с0} = 40 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ, предел основной погрешности для $\chi_{с0}$ не превышает 10 %;

СО № 2, № 3, № 4: материал образцов порошкообразная смесь магнетита (Качканарское месторождение), периклаза (ТУ 1527-005-00190495-98, марка ППЭЗК) в соотношениях, примерно, соответственно, 0,01:10; 0,02:10 и 0,05:10 с добавлением эпоксидной смолы ЭД-20 (ГОСТ 10587-84) в количестве 10 % от объема.

Магнитная восприимчивость стандартных образцов составляет:

для СО № 2 $\chi_{с0} = 540 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ, предел основной погрешности не превышает 6 % при доверительной вероятности 0,95;

для СО № 3 $\chi_{с0} = 1090 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ, предел основной погрешности не превышает 3,5 % при доверительной вероятности 0,95;

для СО № 4 $\chi_{с0} = 2450 \cdot 10^{-5}$ ед. м. в. СИ, предел основной погрешности не превышает 3,0 % при доверительной вероятности 0,95.

Литература

1. Кудрявцев Ю.И. Индукционные методы измерения магнитной восприимчивости горных пород и руд в естественных условиях. М., 1978. 256 с.
2. Сборник физических констант. Л.: М.: ОНТИ, 1937.
3. Глухих И.И., Карлов В.А., Шерендо Т.А. Использование природных магнетитов в качестве стандартных образцов // Повышение эффективности геофизических методов исследования месторождений полезных ископаемых. Караганда: Карагандинский политехнический институт, 1988.
4. Глухих И.И. Магнитный экспресс-метод определения содержания железа в буровых скважинах. Диссертация на соискание ученой степени кандидата геолого-минералогических наук. Свердловск, 1969.
5. Свиаш В.Г., Перепелицин В.А., Матюшков Н.А. Плавленый периклаз. Екатеринбург: Уральский рабочий, 2001.
6. Аркадьев В.К. Электромагнитные процессы в металлах. М.: ОНТИ, 1934.
7. Козин В.З. Опробование на обогатительных фабриках. М.: Недра, 1988.
8. ГОСТ 8 315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. Изд-во стандартов, 1997. 20 с.



МЕТРОЛОГИЯ В ГЕОФИЗИКЕ ПРИБОРЫ И СИСТЕМЫ