

## ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ / ORIGINAL PAPERS

## ■ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ / REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-2-5-18

УДК 539.217.5:620.11:53.089.68

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ  
ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ

© И. П. Аронов, Е. П. Собина

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал  
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»  
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Екатеринбург, Россия  
e-mail: AronovIP@uniim.ru, 251@uniim.ru

Поступила в редакцию – 23 февраля 2021 г., после доработки – 30 марта 2021 г.

Принята к публикации – 20 апреля 2021 г.

*Статья посвящена разработке стандартных образцов газопроницаемости горных пород (имитаторы), имеющих прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости ГЭТ 210-2019. На момент начала данного исследования в системе метрологического обеспечения измерений коэффициента газопроницаемости существовали только стандартные образцы утвержденного типа с прослеживаемостью к результатам измерений, полученным в межлабораторном эксперименте с помощью анализаторов газопроницаемости, калиброванных с помощью тех же самых стандартных образцов, а стандартные образцы с прослеживаемостью к государственному первичному эталону отсутствовали. Вследствие этого в метрологической практике измерений газопроницаемости отсутствовала стабильная во времени основа для сравнения, что и побудило авторов начать работу в данной области.*

*В статье рассматриваются ключевые этапы процесса разработки стандартных образцов: анализ аналогичных стандартных образцов утвержденного типа, выбор исходного материала стандартных образцов, проведение экспериментальных исследований и установление на основе этих исследований метрологических характеристик стандартных образцов. В качестве исходного материала стандартных образцов использовались керамические цилиндры на основе оксида алюминия; методика измерений коэффициента газопроницаемости основана на методе стационарной фильтрации. Измерения коэффициента газопроницаемости были проведены на образцах с различной газопроницаемостью с помощью газов азота и гелия. По результатам этих измерений для каждого образца были рассчитаны коэффициенты газопроницаемости при заданных обратных поровых давлениях и коэффициент абсолютной газопроницаемости.*

**Ссылка при цитировании:**

Аронов И. П., Собина Е. П. Разработка стандартных образцов газопроницаемости // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 2. С. 5–18. DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-2-5-18

**For citation:**

Aronov I. P., Sobina E. P. Development of reference materials for gas permeability. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(2): 5–18. DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-2-5-18 (In Russ.).

В результате проведенного исследования был утвержден набор стандартных образцов газопроницаемости горных пород (имитаторы) ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020, диапазон аттестованных значений которых составляет  $(0,1 \cdot 10^{-3} - 5) \text{ мкм}^2$ , а расширенная неопределенность аттестованных значений  $U_o$  (при  $k = 2$  и  $P = 0,95$ ) установлена 3%. Авторы считают, что набор данных ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020 обеспечит метрологическую прослеживаемость и достоверность результатов измерений коэффициентов газопроницаемости, что в свою очередь будет иметь практическую значимость для лабораторий, занимающихся петрофизическими исследованиями.

**Ключевые слова:** нефтедобывающая промышленность, стандартный образец, коэффициент газопроницаемости, коэффициент абсолютной газопроницаемости, метод стационарной фильтрации, закон Дарси, эффект Клинкенберга

DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-2-5-18

## DEVELOPMENT OF REFERENCE MATERIALS FOR GAS PERMEABILITY

© Ilya P. Aronov, Egor P. Sobina

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia  
e-mail: AronovIP@uniim.ru, e-mail: 251@uniim.ru

Received – 23 February, 2021. Revised – 15 March, 2021.

Accepted for publication – 20 April, 2021.

*The article presents the development of reference materials of gas permeability of rocks (imitators) with traceability to Get 210–2019: State Primary Standard of Units of Specific Adsorption of Gases, Specific Surface Area of Pores, Specific Volume of Pores, Dimension of Pores, Open Porosity, and Coefficient of Gas Permeability of Solid Substances and Fabricated Materials. At the time of the beginning of this study, in the system of metrological assurance of gas permeability coefficient measurements, there were only reference materials of an approved type with traceability to the measurement results obtained in an interlaboratory experiment using gas permeability analyzers that were calibrated using the same reference materials, and reference materials with traceability to the State Primary Standard were absent. As a result, in the metrological practice of gas permeability measurement, there was no stable basis for comparison. This fact prompted the authors to research work in this area.*

*The article considers the key stages of the process of reference materials development: analysis of similar reference materials of an approved type, selection of the starting material for reference materials, performing experimental research, and determining, on the basis of this research, the metrological characteristics of reference materials. Ceramic cylinders based on aluminum oxide were used as the starting material for reference materials; the method to measure the gas permeability coefficient is based on the method of stationary filtration. Measurements of the gas permeability coefficient were carried out on samples with different gas permeability using nitrogen and helium gases. Based on the results of these measurements, for each sample, the gas permeability coefficients were calculated at the given reverse pore pressure and the absolute gas permeability coefficient.*

*As a result of the study, a set of reference materials of gas permeability of rocks (imitators) GSO 11546–2020 / GSO 11550–2020 was approved, the range of certified values is  $(0,1 \cdot 10^{-3} - 5) \text{ мкм}^2$ , and the expanded uncertainty of certified values  $U_o$  ( $k = 2$ ,  $P = 0,95$ ), is 3%. The authors believe that the GSO 11546–2020 / GSO 11550–2020 dataset will ensure metrological traceability and reliability of gas permeability coefficient measurements. As a result, it will bring practical relevance to a petrophysical research laboratory.*



**Key words:** oil industry, reference material, gas permeability coefficient, absolute gas permeability coefficient, stationary filtration method, Darcy's Law, Klinkenberg effect

## Введение

Метрологическое обеспечение измерений в области добывающей промышленности как в России, так и во всем мире является одним из главных направлений, обеспечивающих получение достоверных результатов измерений при проведении нефте- и газодобычи. Важнейшей измеряемой физической величиной данных отраслей является проницаемость горных пород [1]. Проницаемостью называется свойство пород пропускать жидкости, газы и их смеси при наличии градиента давления [2]. Проницаемость изучается практически всеми лабораториями по исследованию керна, и ее измерения входят в перечень обязательных. Данный параметр позволяет оценить как извлекаемые запасы углеводородного сырья, так и технологии добычи нефти и газа, а также дебиты и продуктивность скважин [3]. Различают абсолютную, эффективную и относительную проницаемость. Для общей характеристики физических свойств горных пород используется абсолютная проницаемость, под которой принято понимать проницаемость пористой среды, которая определена при наличии в ней одной фазы, химически инертной по отношению к породе. Для оценки абсолютной проницаемости часто используется воздух или газ (как правило, гелий и азот). Вследствие этого существует такая измеряемая величина, как газопроницаемость (также ее называют коэффициент газопроницаемости) – свойство породы пропускать газы при наличии перепада давления за счет сообщаемости пустот (пор, каналов, трещин). Проведенный анализ Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений показал, что все существующие в России стандартные образцы (далее СО) газопроницаемости горных пород (ГСО 8956–2008<sup>1</sup>, ГСО 10799–2016<sup>2</sup>, ГСО 10913–2017/ГСО 10915–2017)<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ГСО 8956–2008 Стандартный образец открытой пористости и газопроницаемости горных пород // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391229>.

<sup>2</sup> ГСО 10799–2016 Стандартный образец газопроницаемости горных пород (имитатор) (ГП СО УНИИМ) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389385>.

<sup>3</sup> ГСО 10913–2017/ГСО 10915–2017 Стандартные образцы открытой пористости и газопроницаемости горных пород (набор ОПГП СО ГЕОЛОГИКА) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389286>.

аттестованы путем межлабораторного эксперимента [4], который обеспечивает прямую прослеживаемость не до государственного первичного эталона, а только до результатов межлабораторного эксперимента, полученных с помощью калиброванных анализаторов газопроницаемости горных пород, которые при этом калибруются с использованием тех же самых СО. Как следствие, в метрологической практике для СО газопроницаемости горных пород отсутствует стабильная во времени основа для сравнения. Этот факт обосновывает актуальность данной работы.

Измерение газопроницаемости производится согласно ГОСТ 26450.2–85 [5]. В данной работе используется метод стационарной фильтрации, так как он напрямую реализует закон фильтрации Дарси. Аналогичная методика измерения описана также в отечественной работе [6] и зарубежных стандартах [7–8].

В ходе данной работы были проведены измерения коэффициента газопроницаемости образцов по гелию и азоту на оборудовании ГЭТ 210–2019 Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов<sup>4</sup> [9]. Согласно ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 «Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения» [10] были рассчитаны неопределенности полученных значений коэффициентов газопроницаемости. Впоследствии был утвержден набор стандартных образцов газопроницаемости горных пород ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020<sup>5</sup>, диапазон аттестованных значений которых составляет  $(0,1 \cdot 10^{-3} - 5)$  мкм<sup>2</sup>, а расширенная неопределенность аттестованных значений  $U_o$  (при  $k=2$  и  $P=0,95$ ) установлена 3%. Такая точность достаточна для метрологического обеспечения существующего парка приборов по определению коэффициента

<sup>4</sup> ГЭТ 210–2019 Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов // Федер. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1365157>.

<sup>5</sup> ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020 Стандартный образец газопроницаемости горных пород (имитаторы) (набор СО ГП) // Федер. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1380970>.

газопроницаемости, обладающих относительной погрешностью измерений (6–30)%.

## Материалы и методы

### Оборудование

Для характеристики СО использована эталонная установка из состава Государственного первичного эталона удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов ГЭТ 210-2019, реализующая метод стационарной фильтрации. В состав установки входит следующее оборудование:

- анализатор пористости и газопроницаемости MG2P500<sup>6</sup> (Sanches Technologies Division of Core Laboratories, Франция), диапазон измерений коэффициента газопроницаемости  $(0,1 \cdot 10^{-3} - 5)$  мкм<sup>2</sup>. Диапазон измерений давления (0–1) МПа, пределы допускаемой относительной погрешности измерений давления  $\pm 0,01$  % при  $P=0,95$ ; диапазон измерений температуры (263,15–400) К, пределы допускаемой погрешности измерений температуры  $\pm 0,2$  К при  $P=0,95$ ; диапазон измерений объемного расхода газа, приведенного к нормальным условиям ( $p_0=0,101325$  МПа и  $T_0=273,15$  К) (0,02–8) дм<sup>3</sup>/мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерений объемного расхода  $\pm(0,5$  % от показаний + 0,1 % от верхнего предела измерений) при  $P=0,95$ ;

- микрометр цифровой 293-241-30<sup>7</sup> (Mitutoyo Corporation, Япония), диапазон измерений длины (25–50) мм, пределы допускаемой погрешности измерений  $\pm 2$  мкм при  $P=0,95$ ;

- шкаф сушильный Thermocenter TC40 (SalvisLab, Швейцария), диапазон поддержания температур (50–200) °С, отклонение температуры от заданной не более  $\pm 0,5$  °С;

- термогигрометр электронный «CENTER» 313 (CENTER Technology Corp., Тайвань), ФИФ № 22129 09, диапазон измерений температуры (10–35) °С и пределы допускаемой погрешности измерений  $\pm 0,7$  °С при  $P=0,95$ , диапазон измерений относительной влажности (10–90)% с пределами

допускаемой погрешности измерений  $\pm 2,5$  % при  $P=0,95$ ;

- эксикатор (исполнение 2) по ГОСТ 25336<sup>8</sup> «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»;

- гелий газообразный высокой чистоты (сжатый), марка А по ТУ 20.11.11-001-37924839-2019 «Гелий газообразный высокой чистоты»<sup>9</sup>;

- азот газообразный ОСЧ СОРТ ГОСТ 9293–7410.

### Материал стандартных образцов

При выборе материала СО газопроницаемости руководствовались следующими критериями: материал должен в максимальной мере имитировать реальные горные породы, быть прочным, иметь форму цилиндра. Из проанализированных нами стандартных образцов газопроницаемости горных пород наиболее подходящим оказался материал ГСО 10799–2016. Данный материал имеет следующие параметры: диаметр и высота цилиндров около 30 мм, материал – формованный спеченный огнеупор на основе оксида алюминия с массовой долей  $Al_2O_3$  не менее 85 % (ООО «ЭкогеосПром», Россия). Главным преимуществом данного материала по сравнению с реальными горными породами является его меньшая хрупкость и, как следствие, большая стабильность. Также производитель данного материала имеет технологическую возможность регулировать проницаемость своего продукта путем изменения размера фракций спекаемого порошка оксида алюминия, что в свою очередь позволяет создавать стандартные образцы во всем исследуемом диапазоне  $(0,1 \cdot 10^{-3} - 5)$  мкм<sup>2</sup>.

### Теоретические предпосылки

Методика измерений, примененная при установлении метрологических характеристик стандартных образцов (далее – методика измерений), основана на методе, регламентированном в ГОСТ 26450.2 [5], а именно на методе стационарной фильтрации. Суть данного метода заключается в определении постоянной (стационарной) скорости фильтрации газа через образец горной породы в линейном направлении под действием разности давлений. Скорость определяется известным

<sup>6</sup> Анализаторы пористости и газопроницаемости горных пород MG2P500 (номер в госреестре 68446–17) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/382500>.

<sup>7</sup> Микрометр цифровой 293-241-30 (номер в госреестре 30740–12) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/338492>.

<sup>8</sup> ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (с Изменениями № 1–4).

<sup>9</sup> ТУ 20.11.11-001-37924839-2019 Гелий газообразный высокой чистоты.

<sup>10</sup> ГОСТ 9293–74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2007.

объемом газа, прошедшим через образец за фиксированный отрезок времени при постоянной разности давлений. В общем случае как для газов, так и для жидкостей процесс фильтрации описывается уравнением фильтрации Дарси:

$$Q = \frac{K \cdot S \cdot (p_2 - p_1)}{\mu \cdot l}, \quad (1)$$

где  $Q$  – объемный расход флюида, м<sup>3</sup>/с;  $S$  – площадь поперечного сечения образца, м<sup>2</sup>;

$K$  – коэффициент проницаемости, м<sup>2</sup>;  $p_2$  и  $p_1$  – давления на входе и выходе из образца соответственно, Па;  $\mu$  – вязкость флюида Па·с;  $l$  – длина образца, м.

Отсюда выражение для коэффициента проницаемости цилиндрического образца имеет вид:

$$K = \frac{Q \cdot \mu \cdot l}{\pi \cdot \frac{d^2}{4} \cdot (p_2 - p_1)}, \quad (2)$$

где  $d$  – диаметр образца, м.

Если относить уравнение (2) к процессу фильтрации газа, то необходимо учитывать сжимаемость газов. Иначе говоря, объем проходящего через образец газа при разном давлении также будет различным. Поэтому для расчета коэффициента газопроницаемости используется значение объемного расхода газа, приведенное к среднему (поровому) давлению в образце  $p_{por} = (p_2 + p_1)/2$  (давление в середине образца). Таким образом, объемный расход газа  $Q_{изм}$ , измеряемый при некотором давлении  $p_{изм}$  и температуре  $T_{изм}$ , и объемный расход того же самого количества газа  $Q_{por}$  при давлении  $p_{por}$  и температуре  $T_{por}$  в середине образца связаны равенством согласно уравнению Менделеева-Клапейрона:

$$\frac{Q_{изм} \cdot p_{изм}}{T_{изм}} = \frac{Q_{por} \cdot (p_1 + p_2)}{2 \cdot T_{por}}, \quad (3)$$

откуда объемный расход газа в середине образца равен

$$Q_{por} = \frac{2 \cdot Q_{изм} \cdot p_{изм}}{(p_1 + p_2)} \cdot \frac{T_{por}}{T_{изм}}, \quad (4)$$

С учетом вышесказанного уравнение (2) для коэффициента газопроницаемости примет вид:

$$K = \frac{2 \cdot Q_{изм} \cdot p_{изм} \cdot \mu \cdot l}{\pi \cdot \frac{d^2}{4} \cdot (p_2^2 - p_1^2)} \cdot \frac{T_{por}}{T_{изм}}, \quad (5)$$

На эталонной установке из состава ГЭТ 210, реализующей метод стационарной фильтрации, используются тепловые расходомеры газа Bronkhorst. Данные расходомеры определяют массовый расход газа и пересчитывают его в объемный расход  $Q_0$  при нормальных условиях ( $p_0 = 0,101325$  МПа и  $T_0 = 273,15$  К), что и является измерительным сигналом данных приборов. Тогда уравнение (5) примет вид:

$$K = 8 \frac{Q_0 \cdot p_0 \cdot \mu \cdot l}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2)} \cdot \frac{T_{por}}{T_0}, \quad (6)$$

Средства измерений эталонной установки, реализующей метод стационарной фильтрации, получают измерительную информацию в следующих единицах: объемный расход газа  $Q_0$  в единицах (дм<sup>3</sup>/с), давление газа над и под образцом  $p_2$  и  $p_1$  в единицах (МПа), температура газа в середине образца в единицах (К). Геометрические параметры образца измеряются микрометром в единицах (мм). Подставив эти единицы в уравнение (6) и упростив выражение, получим:

$$K = \frac{\frac{[дм]^3}{[с]} \cdot [МПа] \cdot [мкПа] \cdot [с] \cdot [мм]}{[мм]^2 \cdot [МПа]^2}} \cdot \frac{[К]}{[К]} = \frac{[дм]^3 \cdot [мкПа]}{[мм] \cdot [МПа]} = \frac{10^{-3}[м]^3 \cdot 10^{-6}[Па]}{10^{-3}[м] \cdot 10^6[Па]} = 10^{-12}[м]^2 = [мкм]^2. \quad (7)$$

Тогда уравнение измерений коэффициента газопроницаемости  $K$  (в  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>) на ГЭТ 210 при заданном поровом давлении принимает вид:

$$K = 8000 \cdot \frac{Q \cdot p_0 \cdot \mu \cdot l}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2)} \cdot \frac{T}{T_0}, \quad (8)$$

где  $K$  – коэффициент газопроницаемости,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $Q$  – объемный расход газа при нормальных условиях ( $p_0 = 0,101325$  МПа и  $T_0 = 273,15$  К), дм<sup>3</sup>/с;  $l$  – длина образца, мм;  $\mu$  – вязкость газа, мкПа·с;  $p_0$  – нормальное давление, 0,101325 МПа;  $d$  – диаметр образца, мм;  $p_2$  – давление на входе в образец, МПа;  $p_1$  – давление



на выходе из образца, МПа;  $T$  – температура газа при измерении, К;  $T_0$  – нормальная температура, 273,15 К.

Вязкость азота рассчитывается согласно формуле (9), вязкость гелия – согласно формуле (10).

$$\mu_{N_2} = 4,0487 + 0,046105 \cdot T + 0,1606 \cdot p_{por}, \quad (9)$$

$$\mu_{He} = 6,2865 + 0,045464 \cdot T + 0,03615 \cdot p_{por}, \quad (10)$$

При измерении газопроницаемости возникает отклонение от закона Дарси. Причиной отклонения является эффект скольжения газа – эффект Клинкенберга [3, 11–14]. Этот эффект проявляется в наличии зависимости измеренной и вычисленной по закону Дарси величины газопроницаемости от порового давления  $P_{por}$  в образце. Величина газопроницаемости, измеренная при бесконечном поровом давлении, является абсолютной ( $K_{abs}$ ) и близка к величине проницаемости по жидкости, не реагирующей с породой. Величина абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  связана с величиной газопроницаемости, измеренной при заданном поровом давлении, соотношением

$$K_{abs} = \frac{K}{1 + b / P_{por}}, \quad (11)$$

где  $K_{abs}$  – коэффициент абсолютной газопроницаемости;  $K$  – коэффициент газопроницаемости при заданном поровом давлении;  $b$  – коэффициент Клинкенберга, зависящий от типа породы и фильтруемого газа.

Таким образом,  $K_{abs}$  определяется путем измерения коэффициентов газопроницаемости при нескольких значениях порового давления и построения линейной регрессионной зависимости коэффициента газопроницаемости от обратного порового давления  $K = f(1/p_{por})$  и экстраполяции данной зависимости в точку  $1/p_{por} = 0$ .

### Проведение экспериментальных исследований

Перед измерениями каждый образец высушивали в течение 2 часов при температуре 105 °С в сушильном шкафу. Затем образец помещали в эксикатор и охлаждали при комнатной температуре в течение 60 мин. Далее измеряли геометрические параметры образца. Для этого микрометром измеряли его длину  $l_i$  в двадцати равноотстоящих друг от друга точках и диаметр  $d_i$  в двадцати равноотстоящих друг от друга точках и рассчитывали среднее арифметическое значение длины образца  $l$  по формуле (12) и среднее арифметическое значение диаметра  $d$  аналогично формуле (12).

$$l = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N l_i, \quad (12)$$

где  $l$  – среднее арифметическое значение длины образца, мм;  $l_i$  –  $i$ -ый результат измерения длины образца, мм;  $N$  – количество измерений.

Далее помещали образец в кернодержатель, в котором вокруг боковой поверхности образца с помощью резиновой манжеты создавали обжимное давление ~1,5 МПа для того, чтобы избежать проскальзывания газа между манжетой и образцом. После этого в программное обеспечение анализатора газопроницаемости MG2P500 вносили геометрические параметры образца  $d$  и  $l$ . Далее проводили по три измерения коэффициента газопроницаемости при следующих обратных поровых давлениях  $1/P_{por}$ : (8, 7, 6, 5, 4, 3, 2) МПа<sup>-1</sup>. При проведении измерений допускаются отклонения этих значений не более чем на ±0.15 МПа<sup>-1</sup>. Измерения коэффициентов газопроницаемости при каждом поровом давлении осуществляли только после того, как достигался стационарный режим фильтрации, то есть показания датчиков расхода, давления и температуры переставали иметь какой-либо тренд. Исходя из большого количества проведенных измерений, можно сказать, что время установления стационарного режима течения газа на эталонной установке ГЭТ 210 для образцов с коэффициентом абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  (0,1–1) 10<sup>-3</sup> мкм<sup>2</sup> составляет ~30 минут, для образцов с  $K_{abs}$  (1–10) 10<sup>-3</sup> мкм<sup>2</sup> ~20 минут, для образцов с  $K_{abs}$  (10–50) 10<sup>-3</sup> мкм<sup>2</sup> ~15 минут, для образцов с  $K_{abs}$  (50–100) 10<sup>-3</sup> мкм<sup>2</sup> ~10 минут и для образцов с  $K_{abs}$  более 100 10<sup>-3</sup> мкм<sup>2</sup> ~5 минут. Каждое измерение коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении сопровождается записью программным обеспечением эталонной установки значений величин, входящих в уравнение (8), в файл MS Excel. После проведения трех измерений расхода газа  $Q$ , давлений над и под образцом  $p_2$  и  $p_1$  и температуры газа  $T$  при заданном обратном поровом давлении рассчитывали их средние арифметические значения аналогично формуле (12), по которым далее вычисляли значение коэффициента газопроницаемости  $K$  и соответствующее ему значение обратного порового давления  $1/P_{por}$ . Эти операции производили при каждом значении обратного порового давления  $1/P_{por}$ : (8, 7, 6, 5, 4, 3, 2) МПа<sup>-1</sup>. По полученным значениям коэффициентов газопроницаемости методом наименьших квадратов строили линейную регрессионную зависимость коэффициентов газопроницаемости

от обратных поровых давлений  $K = f(1/P_{por})$ , после чего данную зависимость экстраполировали в точку  $1/P_{por} = 0$ . Значение коэффициента газопроницаемости в этой точке равно коэффициенту абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$ . В благоприятном случае все коэффициенты газопроницаемости хорошо ложатся на прямую  $K = f(1/P_{por})$  и коэффициент корреляции данной зависимости  $R^2$  близок к единице. Если же какая-либо точка зависимости  $K = f(1/P_{por})$  плохо ложилась на прямую, эту точку отбрасывали для того, чтобы коэффициент корреляции  $R^2$  был близок к единице и неопределенность при определении коэффициента абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  оставалась в допустимых пределах. Все описанные процедуры, начиная с помещения образца в кернодержатель, проводили по двум газам: азоту и гелию.

### Определение метрологических характеристик СО

В качестве аттестуемых характеристик СО приняли коэффициенты газопроницаемости при заданных обратных поровых давлениях (8, 7, 6, 5, 4, 3, 2) МПа<sup>-1</sup>, измеренные с помощью гелия и азота, а также коэффициент абсолютной газопроницаемости.

#### 1. Коэффициенты газопроницаемости при заданных обратных поровых давлениях

Аттестованное значение коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении рассчитывали согласно уравнению измерений (8).

Расширенную неопределенность аттестованного значения при  $k = 2$  и  $P = 0,95$  рассчитывали по формуле:

$$U = k \cdot u_c, \quad (13)$$

где  $k$  – коэффициент охвата;  $u_c$  – суммарная стандартная неопределенность коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>.

Суммарную стандартную неопределенность коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении  $u_c$  рассчитывали по формуле:

$$u_c = \sqrt{u_{char}^2 + u_{stab}^2 + u_{he}^2}, \quad (14)$$

где  $u_{char}$  – стандартная неопределенность характеристики СО (для коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении),  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>,  $u_{stab}$  – стандартная неопределенность от нестабильности СО,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $u_{he}$  – стандартная неопределенность от неоднородности СО,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>.

Стандартную неопределенность характеристики образца рассчитывали по формуле:

$$u_{char} = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}, \quad (15)$$

где  $u_A$  – стандартная неопределенность типа А коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>,  $u_B$  – стандартная неопределенность типа В коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>.

Стандартную неопределенность типа А коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении  $u_A$  с учетом корреляции входных величин рассчитывали согласно формуле (16). Входные величины  $x_i$  и  $x_j$  – это какие-либо две измеряемые входные величины уравнения (8): объемный расход газа  $Q$ , давление на входе в образец  $p_2$ , давление на выходе из образца  $p_1$ , вязкость газа  $\mu$ , длина образца  $l$ , диаметр образца  $d$ , температура газа при измерении  $T$ .

$$u_A = \sqrt{\sum_{i=1}^n c^2(x_i) \cdot u_A^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n c(x_i) \cdot c(x_j) \cdot u_A(x_i) \cdot u_A(x_j) \cdot r(x_i, x_j)}, \quad (16)$$

где  $r(x_i, x_j)$  – коэффициент корреляции Пирсона;  $x_i$  и  $x_j$  – входные величины, для которых рассчитывается коэффициент корреляции Пирсона,  $u_A(x_i)$  и  $u_A(x_j)$  – стандартные неопределенности типа А входных величин, которые оценивали как стандартные отклонения средних значений входных величин  $x_i$  и  $x_j$ ;  $c(x_i)$  и  $c(x_j)$  – коэффициенты чувствительности входных величин  $x_i$  и  $x_j$ ;  $n$  – количество всех входных величин.

Коэффициент корреляции Пирсона  $r(x_i, x_j)$  вычисляли по формуле:

$$r(x_i, x_j) = \frac{\sum_{i=1}^T (x_{i,k} - \bar{x}_i) \cdot (x_{j,k} - \bar{x}_j)}{\sqrt{\sum_{i=1}^T (x_{i,k} - \bar{x}_i)^2 \sum_{i=1}^T (x_{j,k} - \bar{x}_j)^2}}, \quad (17)$$

где  $x_{i,k}$  и  $x_{j,k}$  –  $k$ -ые результаты измерений входных величин  $x_i$  и  $x_j$ ;  $\bar{x}_i$  и  $\bar{x}_j$  – средние арифметические значения результатов измерения входных величин  $x_i$  и  $x_j$ ;  $T$  – количество измерений входных величин  $x_i$  и  $x_j$ .

Например, для объемного расхода газа  $Q$  и давления на входе в образец  $p_2$  уравнение (17) принимало вид:

$$r(Q, p_2) = \frac{\sum_{i=1}^T (Q_k - \bar{Q}) \cdot (p_{2,k} - \bar{p}_2)}{\sqrt{\sum_{i=1}^T (Q_k - \bar{Q})^2 \sum_{i=1}^T (p_{2,k} - \bar{p}_2)^2}}, \quad (18)$$

где  $Q_k$  и  $p_{2,k}$  –  $k$ -ые результаты измерений объемного расхода  $Q$  и давления на входе в образец  $p_2$ ;  $\bar{Q}$  и  $\bar{p}_2$  – средние арифметические значения результатов измерений объемного расхода  $Q$  и давления на входе в образец  $p_2$ .

Стандартную неопределенность типа А значения входной величины  $u_A(x_j)$ , так же как и стандартную неопределенность типа А значения входной величины  $u_A(x_j)$ , вычисляли по формуле:

$$u_A(x_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^T (x_{i,k} - \bar{x}_i)_k^2}{T(T-1)}}, \quad (19)$$

Например, стандартную неопределенность типа А значения объемного расхода газа вычисляли по формуле:

$$u_A(Q) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^T (Q_k - \bar{Q})_k^2}{T(T-1)}}. \quad (20)$$

Коэффициенты чувствительности каждой входной величины  $c$  ( $Q$  – среднее арифметическое значение объемного расхода газа при нормальных условиях ( $p_0=0,101325$  МПа и  $T_0=273,15$  К),  $\text{дм}^3/\text{с}$ ;  $l$  – среднее арифметическое значение длины образца, мм;  $\mu$  – вязкость газа, мкПа·с;  $d$  – среднее арифметическое значение диаметра образца, мм;  $p_2$  – среднее арифметическое значение давления на входе в образец, МПа;  $p_1$  – среднее арифметическое значение давления на выходе из образца, МПа;  $T$  – среднее арифметическое значение температуры газа при измерении, К) вычисляли по формулам:

$$c(Q) = \frac{\partial K}{\partial Q} = 8000 \cdot \frac{p_0 \cdot \mu \cdot l \cdot T}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2) \cdot T_0}, \quad (21)$$

$$c(T) = \frac{\partial K}{\partial T} = 8000 \cdot \frac{Q \cdot p_0 \cdot \mu \cdot l}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2) \cdot T_0}, \quad (22)$$

$$c(l) = \frac{\partial K}{\partial l} = 8000 \cdot \frac{Q \cdot p_0 \cdot \mu \cdot T}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2) \cdot T_0}, \quad (23)$$

$$c(\mu) = \frac{\partial K}{\partial \mu} = 8000 \cdot \frac{Q \cdot p_0 \cdot l \cdot T}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2) \cdot T_0}, \quad (24)$$

$$c(d) = \frac{\partial K}{\partial T} = -16000 \cdot \frac{Q \cdot p_0 \cdot \mu \cdot l \cdot T}{\pi \cdot d^3 \cdot (p_2^2 - p_1^2) \cdot T_0}, \quad (25)$$

$$c(p_2) = \frac{\partial K}{\partial p_2} = -16000 \cdot \frac{p_2 \cdot Q \cdot p_0 \cdot \mu \cdot l \cdot T}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2)^2 \cdot T_0}, \quad (26)$$

$$c(p_1) = \frac{\partial K}{\partial p_1} = 16000 \cdot \frac{p_1 \cdot Q \cdot p_0 \cdot \mu \cdot l \cdot T}{\pi \cdot d^2 \cdot (p_2^2 - p_1^2)^2 \cdot T_0}, \quad (27)$$

Стандартную неопределенность типа В коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении  $u_B$  с учетом корреляции входных величин рассчитывали аналогично формуле (16), только вместо стандартных неопределенностей типа А значений входных величин использовали стандартные неопределенности из сертификатов калибровок приборов, измеряющих данные входные величины.

Стандартную неопределенность от нестабильности  $u_{stab}$  коэффициента газопроницаемости при заданном поровом давлении  $K$  принимали равной стандартной неопределенности от нестабильности коэффициента абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  вследствие того, что коэффициент абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  является зависимой величиной от коэффициентов газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении  $K$  на основе линейной модели. Поэтому подробное описание расчета неопределенности от нестабильности  $CO$   $u_{stab}$  указано в следующем разделе данной статьи, посвященном расчету неопределенности коэффициента абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$ .

Стандартная неопределенность от неоднородности  $CO$   $u_{he}$  принимается равной нулю, так как для каждого образца устанавливается индивидуальное значение коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении и, соответственно, источники неопределенности, связанные с неоднородностью образца, отсутствуют.

## 2. Коэффициент абсолютной газопроницаемости

Аттестованное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  при заданном обратном поровом давлении рассчитывали согласно уравнению:



$$K_{abs} = \frac{K_{abs_{He}} + K_{abs_{N_2}}}{2}, \quad (28)$$

где  $K_{abs_{N_2}}$  и  $K_{abs_{He}}$  – коэффициенты абсолютной газопроницаемости по азоту и гелию соответственно,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>, каждый из которых рассчитывается отдельно с учетом эффекта Клинкенберга (11) путем построения линейной регрессионной зависимости коэффициента газопроницаемости от обратного порового давления  $K = f(1/P_{por})$  и экстраполяции данной зависимости в точку  $1/P_{por} = 0$ . Значение коэффициента газопроницаемости в данной точке равно значению коэффициента абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$  по азоту или по гелию.

Расширенную неопределенность аттестованного значения при  $k = 2$  и  $P = 0,95$   $P = 0,95$  рассчитывали по формуле:

$$U = k \cdot u_c, \quad (29)$$

где  $k$  – коэффициент охвата;  $u_c$  – суммарная стандартная неопределенность коэффициента абсолютной газопроницаемости,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>.

Суммарную стандартную неопределенность коэффициента абсолютной газопроницаемости  $u_c$  рассчитывали по формуле:

$$u_c = \sqrt{u_{char}^2 + u_{stab}^2 + u_{he}^2}, \quad (30)$$

где  $u_{char}$  – стандартная неопределенность характеристики СО (для коэффициента абсолютной газопроницаемости),  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $u_{stab}$  – стандартная неопределенность от нестабильности СО,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $u_{he}$  – стандартная неопределенность от неоднородности СО,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>.

Стандартную неопределенность характеристики образца рассчитывали по формуле:

$$u_{char} = \sqrt{\frac{1}{4} \cdot (u_{N_2}^2 + u_{He}^2) + \frac{\Delta^2}{12}}, \quad (31)$$

где  $u_{N_2}$  и  $u_{He}$  – стандартные неопределенности коэффициентов абсолютной газопроницаемости по азоту и гелию соответственно,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $\Delta$  – разность между значениями коэффициентов абсолютной газопроницаемости по азоту и гелию,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>.

Расчет стандартных неопределенностей коэффициентов абсолютной газопроницаемости по азоту и гелию  $u_{N_2}$  и  $u_{He}$  проводили с помощью программного обеспечения PTC Mathcad (версия Prime 6.0.0.0, Parametric Technology Corporation, 2019) [15], применяя метод

Монте-Карло. Суть данного расчета заключается в генерации большого количества  $m$  (не менее 100 000) зависимостей  $K = f(1/P_{por})$  и, соответственно, вычисления такого же количества коэффициентов абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$ , который в уравнении линейной регрессии (32), основанном на уравнении Клинкенберга (11), является свободными членом.

$$K = a \cdot \frac{1}{P_{por}} + K_{abs}, \quad (32)$$

где  $a$  – некая константа, зависящая от константы Клинкенберга  $b$ , МПа.

Зная стандартные неопределенности характеристики каждого коэффициента газопроницаемости при заданных обратных поровых давлениях (ось ординат графика на рис. 1) и стандартные неопределенности датчиков давления (ось абсцисс графика на рис. 1) для ряда обратных поровых давлений  $1/P_{por}$  (8, 7, 6, 5, 4, 3, 2) МПа<sup>-1</sup>, с помощью команды «rnorm» (ПО PTC Mathcad) генерировали выборку с нормальным распределением из  $m$  коэффициентов газопроницаемости  $K$  и с помощью команды «runiform» выборку с равномерным распределением из  $m$  обратных поровых давлений  $1/P_{por}$ .

По полученным выборкам коэффициентов газопроницаемости и обратных поровых давлений вычисляли массив угловых коэффициентов и свободных членов уравнения линейной регрессии (32). После этого вычисляли среднеквадратическое отклонение массива полученных свободных членов уравнения (массива коэффициентов абсолютной газопроницаемости  $K_{abs}$ ), которое и принимали в качестве стандартной неопределенности коэффициента абсолютной газопроницаемости по азоту  $u_{N_2}$ . Такие же операции проводили и для расчета стандартной неопределенности коэффициента абсолютной газопроницаемости по гелию  $u_{He}$ .

Исследование стабильности проводили согласно ГОСТ ISO Guide 35–2015 [16], используя сочетание методов естественного и ускоренного старения. Использовали результаты классического старения СО, которые дополняются результатами ускоренного старения (выдерживание образца перед измерениями при повышенной температуре 105 °С). Периодически проводили измерения характеристик коэффициента абсолютной газопроницаемости в различное время, а также после выдерживания при повышенной температуре, моделирующего более длительные сроки хранения, которые рассчитывали на основе уравнения Вант-Гоффа:

### Зависимость коэффициента газопроницаемости от обратного порового давления

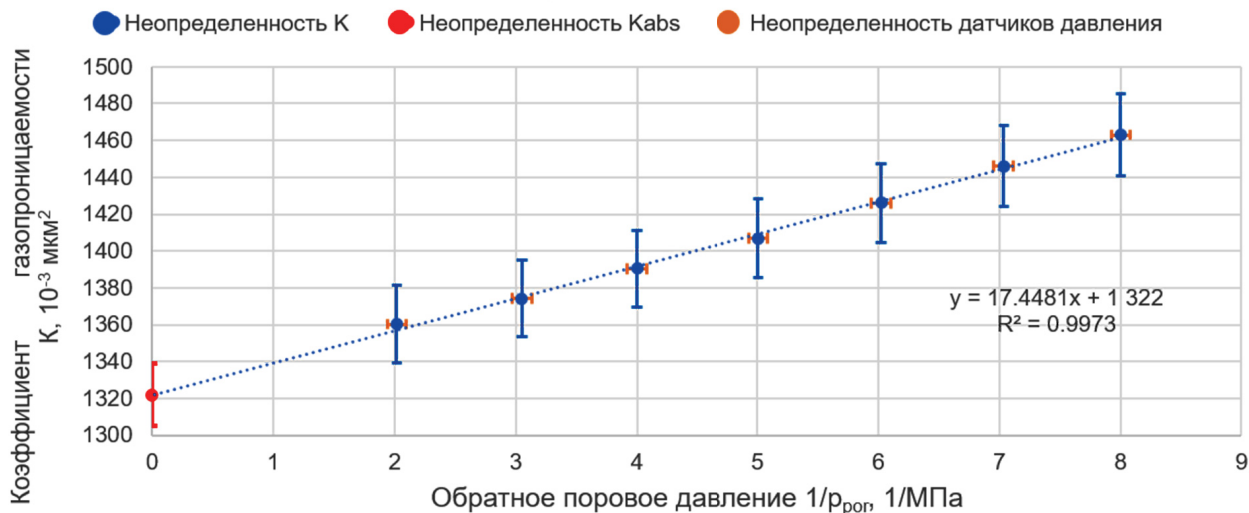


Рис. 1. Зависимость коэффициента газопроницаемости от обратного порового давления с неопределенностями коэффициентов газопроницаемости и обратных поровых давлений

Fig. 1. Dependence of the gas permeability coefficient on the reverse pore pressure with uncertainties of the gas permeability coefficients and reverse pore pressure

$$\tau = T_{c,r} / 2^{0,1(t_1 - t_0)}, \quad (33)$$

где  $\tau$ ,  $T_{c,r}$  – время проведения эксперимента и предполагаемый срок годности (в днях);  $t_1$ ,  $t_0$  – температуры испытаний и хранения материала СО.

В качестве модели использовали линейную модель изменения характеристик газопроницаемости от времени, т. к. нет других физических оснований сделать другое заключение. Обработку результатов измерений проводят методом регрессионного анализа, как рекомендовано в ГОСТ ISO Guide 35–2015 [16].

Стандартную неопределенность от неоднородности СО  $u_{ne}$  принимали равной нулю, так как для каждого образца устанавливается индивидуальное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости и, соответственно, источники неопределенности, связанные с неоднородностью образца, отсутствуют.

#### Результаты и обсуждение

Стандартную неопределенность от нестабильности материала СО принимали равной стандартному отклонению от нестабильности материала СО. Результаты исследования стабильности коэффициента абсолютной газопроницаемости представлены в табл. 1.

Рассчитанные согласно предыдущему разделу метрологические характеристики стандартных

образцов ( $1/P_{por}$  – обратное поровое давление, МПа<sup>-1</sup>;  $K_{N_2}$  – аттестованное значение коэффициента газопроницаемости по азоту при заданном поровом давлении,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $K_{He}$  – аттестованное значение коэффициента газопроницаемости по гелию при заданном поровом давлении,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $K_{abs}$  – аттестованное значение коэффициента абсолютной газопроницаемости,  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>;  $U_o$  – относительная расширенная неопределенность при  $k = 2$  и  $P = 0,95$  аттестованного значения, %) представлены в табл. 2.

Проведенные исследования показали, что относительная расширенная неопределенность аттестованных значений СО в диапазоне (0,1–5000)  $10^{-3}$  мкм<sup>2</sup> не превышает 3%, что обеспечивает от двукратного до десятикратного запаса по точности перед рабочими средствами измерений с абсолютной погрешностью измерений коэффициента газопроницаемости (6–30)%. Прослеживаемость аттестованных значений набора разработанных СО к единице коэффициента газопроницаемости (мкм<sup>2</sup>) обеспечена применением Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов ГЭТ 210-2019.

Таблица 1. Результаты исследования стабильности коэффициента абсолютной газопроницаемости  
Table 1. Results of studying the stability of the absolute gas permeability coefficient

№ образца	Наименование характеристики	Время, выдерживаемое в термостате при температуре 105 °С, ч			Относительная стандартная неопределенность от нестабильности, %
		0	12	15	
		Имитируемое количество дней при температуре 20 °С			
		0	181	226	
1	Коэффициент абсолютной газопроницаемости, $10^{-3}$ мкм <sup>2</sup>	0,6485	0,6525	0,6517	0,96
2		7,736	7,778	7,752	0,97
3		30,16	30,37	30,33	1,05
4		216,81	218,22	217,69	1,06
5		3340	3360	3356	0,94

Таблица 2. Метрологические характеристики набора стандартных образцов газопроницаемости горных пород ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020

Table 2. Metrological characteristics of a set of reference materials for gas permeability of rocks GSO 11546–2020 / GSO 11550–2020

Номер ГСО	ГСО 11546–2020					
	$1/P_{por}, \text{МПа}^{-1}$	$K_{N_2}, 10^{-3} \text{ мкм}^2$	$U_o, \%$	$K_{He}, 10^{-3} \text{ мкм}^2$	$U_o, \%$	$K_{abs}, 10^{-3} \text{ мкм}^2$
2	0,6833	2,3	0,7474	2,2	0,6517	2,6
3	0,6963	2,0	0,7912	2,4		
4	0,7153	2,3	0,8449	2,0		
5	0,7279	2,0	0,8944	2,5		
6	0,7376	2,0	0,9378	2,1		
7	0,7605	2,3	0,9038	2,5		
8	0,7738	2,4	0,8592	2,3		
8	0,7738	2,4	0,8592	2,3		
Номер ГСО	ГСО 11547–2020					
	$1/P_{por}, \text{МПа}^{-1}$	$K_{N_2}, 10^{-3} \text{ мкм}^2$	$U_o, \%$	$K_{He}, 10^{-3} \text{ мкм}^2$	$U_o, \%$	$K_{abs}, 10^{-3} \text{ мкм}^2$
2	8,310	2,0	9,666	2,0	7,752	2,7
3	8,621	2,0	10,657	2,2		
4	8,958	2,4	11,598	2,4		
5	9,279	2,0	12,550	2,3		
6	9,617	2,0	13,466	2,4		
7	9,931	2,4	14,396	2,2		
8	10,224	2,3	15,283	2,2		
8	10,224	2,3	15,283	2,2		

Окончание табл. 2  
End of Table 2

Номер ГСО	ГСО 11548-2020					
$1/P_{por}, МПа^{-1}$	$K_{N_2}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$	$K_{He}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$	$K_{abs}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$
2	32,05	3,0	34,55	3,0	30,33	3,0
3	32,73	3,0	36,96	2,9		
4	33,44	3,0	39,07	2,9		
5	34,26	2,9	41,57	3,0		
6	34,95	3,0	43,87	3,0		
7	35,58	3,0	45,93	3,0		
8	35,75	2,9	48,31	2,9		
8	35,75	2,9	48,31	2,9		
Номер ГСО	ГСО 11549-2020					
$1/P_{por}, МПа^{-1}$	$K_{N_2}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$	$K_{He}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$	$K_{abs}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$
2	221,1	2,9	227,6	2,4	217,7	3,0
3	224,3	3,0	232,6	3,0		
4	225,8	3,0	237,7	3,0		
5	227,4	3,0	243,7	3,0		
6	229,3	3,0	248,8	3,0		
7	231,0	3,0	254,0	3,0		
8	233,0	2,8	265,3	2,9		
8	233,0	2,8	265,3	2,9		
Номер ГСО	ГСО 11550-2020					
$1/P_{por}, МПа^{-1}$	$K_{N_2}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$	$K_{He}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$	$K_{abs}, 10^{-3} мкм^2$	$U_o, \%$
2	3334	2,1	3405	2,4	3356	2,5
3	3392	2,1	3429	2,3		
4	3413	2,3	3454	2,1		
5	3435	2,3	3471	2,3		
6	3451	2,4	3493	2,2		
7	3463	2,3	3514	2,3		
8	3471	2,3	3553	2,4		
8	3471	2,3	3553	2,4		

### Закключение

В результате выполненных исследований создан набор стандартных образцов утвержденного типа ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020 газопроницаемости горных пород (имитаторы), который включает пять цилиндров высотой и внешним диаметром по 30 мм,

изготовленных из формованного спеченного огнеупорного материала с содержанием  $Al_2O_3$  не менее 85%. На каждом экземпляре выгравирован индекс СО. Комплект стандартных образцов упакован в деревянный футляр с этикеткой. Срок годности СО – 2 года. Данные образцы являются первыми стандартными

образцами утвержденного типа, обладающими прослеживаемостью к Государственному первичному эталону единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов ГЭТ 210-2019, что обеспечивает метрологическую прослеживаемость и достоверность результатов измерений коэффициентов газопроницаемости, а значит, имеет практическую значимость и позволяет повысить качество метрологических измерений в лабораториях, занимающихся петрофизическими исследованиями.

Одним из возможных способов совершенствования ГСО 11546–2020/ГСО 11550–2020 в перспективе может быть создание имитаторов, в которых спеченный керамический оксид алюминия будет находиться в полом цилиндре из нержавеющей стали. Поверхность таких СО будет более долговечной и иметь значительно меньшую шероховатость, чем керамика.

### Благодарности

Глубокую благодарность за обсуждения результатов исследований в рамках разработки набора СО

выражаем заместителю генерального директора ООО «ЭкогеосПром» Гнедову Андрею Александровичу.

### Вклад соавторов

Все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации.

### Конфликт интересов:

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Материал статьи допущен к публикации после доработки материалов тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020. Switzerland: Springer, Cham.

Автор Е. П. Собина является членом редакционной коллегии журнала «Эталон. Стандартные образцы».

### ЛИТЕРАТУРА

1. Собина Е. П. Разработка комплекта стандартных образцов открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторов) // Стандартные образцы. 2016. № 2. С. 36–43. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2016-0-2-36-43>
2. Кобранова В. Н. Петрофизика: учебник для вузов. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Недра, 1986. 392 с.
3. Троицкий В. М. Феноменологический подход к анализу экспериментальных данных о газопроницаемости в пористых средах. Истинная причина эффекта Клинкенберга // Вести газовой науки. 2017. № 2(30). С. 110–124.
4. Козыряцкий Н. Г. Стандартные образцы для метрологического обеспечения измерений абсолютной газопроницаемости керна // Каротажник. 2016. № 9(267). С. 73–84.
5. ГОСТ 26450.2–85 Породы горные. Метод определения коэффициента абсолютной газопроницаемости при стационарной и нестационарной фильтрации. М.: Издательство стандартов, 1985. 17 с.
6. Песков А. В. Особенности измерения абсолютной проницаемости горных пород // Вестник Самарского государственного технического университета. Серия: технические науки. 2020. Т. 28. № 2(66). С. 73–83. <https://doi.org/10.14498/tech.2020.2.5>
7. ASTM D4525–90(2001) Standard test method for permeability of rocks by flowing air // ASTM International [Elektronnyi resurs]. URL: <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D4525-90R01.htm> (дата обращения: 10.12.2020).
8. RP 40 Recommended practices for core analysis // American Petroleum Institute [Elektronnyi resurs]. URL: <http://w3.energistics.org/RP40/rp40.pdf> (дата обращения: 10.12.2020).
9. Собина Е. П. Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов ГЭТ 210-2019 // Измерительная техника. 2020. № 12. С. 3–12. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-12-3-12>
10. ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартинформ, 2018. 104 с.
11. Klinkenberg L. J. The permeability of porous media to liquids and gases // Drilling and production practice. 1941. pp. 200–211. <https://doi.org/10.5510/OGP20120200114>
12. Kazemi M., Takbiri-Borujeni A. An analytical model for shale gas permeability // International journal of coal geology. 2015. Vol. 146. pp. 188–197. <https://doi.org/10.1016/j.coal.2015.05.010>
13. Wang S., Lukyanov A. A., Wu Y. S. Second-order gas slippage model for the Klinkenberg effect of multicomponent gas at finite Knudsen numbers up to 1 // Fuel. 2019. Vol. 235. pp. 1275–1286. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.08.113>
14. Methane recovery from gas hydrate-bearing sediments: an experimental study on the gas permeation characteristics under varying pressure / A. Okwananke [et al.] // Journal of petroleum science and engineering. 2019. Vol. 180. pp. 435–444. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.05.060>



15. Parametric Technology Corporation (2019), Mathcad Prime 6.0.0.0 [программное обеспечение].
16. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.

## REFERENCE

1. Sobina E. P. Development of certified reference materials set for opened porosity of solid substances and materials (imitators). Reference Materials. 2016;(2):36–43. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2016-0-2-36-43>
2. Kobranova V. N. Petrophysics: textbook allowance. 2 th ed., rev. and add. Moscow: Nedra; 1986, 272 p. (in Russ.).
3. Troitskiy V. M. Phenomenological approach to analysis of empirical data on gas permeability in porous media. A true reason for Klinkenberg's effect. Vesti gazovoy nauki. 2017;2(30):110–124. (in Russ.).
4. Koziryatsky N. G. Standard core samples for the metrological support to measure absolute gas permeability in the core. Karotazhnik. 2016;9(267):73–84. (in Russ.).
5. GOST 26450.2–85 Rocks. Method for determination of absolute gas permeability coefficient by stationary and non-stationary filtration. Moscow: Izdate'l'stvo standartov; 1985. (in Russ.).
6. Peskov A. V. Features of measuring absolute permeability of rocks. Vestnik of Samara State Technical University (Technical Sciences Series). 2020;28(2):73–83. (in Russ.). <https://doi.org/10.14498/tech.2020.2.5>
7. ASTM D4525–90(2001) Standard test method for permeability of rocks by flowing air. Available from: <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D4525–90R01.htm> (Accessed: 10 December 2020).
8. RP 40 Recommended practices for core analysis. Available from: <http://w3.energistics.org/RP40/rp40.pdf> (Accessed: 10 December 2020).
9. Sobina E. P. State primary standard of units of specific adsorption of gases, specific surface area, specific pore volume, pore size, open porosity and gas permeability coefficient of solids and materials GET 210-2019. Measurement Techniques. 2020;(12):3–12. <https://doi.org/10.32446/0368–1025it.2020-12-3-12>
10. GOST 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement. Moscow: Standartinform; 2018. (In Russ.).
11. Klinkenberg L. J. The permeability of porous media to liquids and gases. Drilling and production practice. 1941. pp. 200–211.
12. Kazemi M., Takbiri-Borujeni A. An analytical model for shale gas permeability. International journal of coal geology. 2015;146:188–197.
13. Wang S., Lukyanov A. A., Wu Y. S. Second-order gas slippage model for the Klinkenberg effect of multicomponent gas at finite Knudsen numbers up to 1. Fuel. 2019; 235: 1275–1286. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.08.113>
14. Okwananke A., Hassanpouryouzband A., Vasheghani Farahani M., Yang J., Tohidi B., Chuvilin E., Istomin V., Bukhanov B. Methane recovery from gas hydrate-bearing sediments: an experimental study on the gas permeation characteristics under varying pressure. Journal of petroleum science and engineering. 2019;180: 435–444. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.05.060>
15. Parametric Technology Corporation. Mathcad Prime 6.0.0.0 [software]. 2019.
16. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Standartnye obraztsy. Obshchie i statisticheskie printsipy sertifikatsii (attestatsii). Moscow: Standartinform; 2016. (in Russ.).

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Илья Петрович Аронов** – младший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения nanoиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов (251) УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». 620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: AronovIP@uniim.ru

**Егор Павлович Собина** – д-р техн. наук, и. о. директора УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». 620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: 251@uniim.ru  
ORCID: 0000-0001-8489-2437

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Ilya P. Aronov** – junior researcher laboratory for metrological support of nano industry, spectral analysis methods and reference materials UNIIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia  
e-mail: AronovIP@uniim.ru

**Egor P. Sobina** – D. Sc. (Eng.), acting director of UNIIIM – Affiliated branch of the D. I. Mendeleev. 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russia  
e-mail: 251@uniim.ru  
ORCID: 0000-0001-8489-2437