

DOI: <https://doi.org/10.25689/NP.2024.1.59-73>

EDN DWONIB

УДК 549

Развитие метода рентгеновской дифракции в лаборатории минералогии ООО «Тюменский нефтяной научный центр»

Александров М.А., Соловьева А.В., Аржиловская Н.Н, Шульга Р.С.

ООО «Тюменский нефтяной научный центр», Тюмень, Россия

Development of the X-ray diffraction method in the mineralogy laboratory of Tyumen Petroleum Research Center LLC

M.A. Aleksandrov, A.V. Solovyeva, N.N. Arzhilovskaya, R.S. Shulga

Tyumen Petroleum Research Center LLC, Tyumen, Russia

E-mail: maaleksandrov@tnnc.rosneft.ru

Аннотация. Рассмотрена история развития метода рентгеновской дифракции в лаборатории минералогии ООО «ТННЦ», способы пробоподготовки и применение программного обеспечения, опыт участия в межлабораторных сличительных испытаниях в периметре Компании, разработан оптимальный комплекс исследований для изучения минерального состава пород в исследовательских институтах ПАО НК «Роснефть».

Ключевые слова: горная порода, керн, рентгенофазовый анализ, рентгеноструктурный анализ, метод Ритвельда, метод корундовых чисел, межлабораторный контроль

Для цитирования: Александров М.А., Соловьева А.В., Аржиловская Н.Н, Шульга Р.С. Развитие метода рентгеновской дифракции в лаборатории минералогии ООО «Тюменский нефтяной научный центр» // Нефтяная провинция.-2024.-№1(37).-С. 59-73. - DOI <https://doi.org/10.25689/NP.2024.1.59-73>. - EDN DWONIB

Abstract. This article discusses the evolution of the development of the X-ray diffraction method in the mineralogy laboratory of TPRC LLC, methods of sample preparation and software application, experience of participation in interlaboratory comparison tests in the perimeter of the Company, the optimal set of studies for studying the mineral composition of rocks in the research institutes of the Rosneft Oil Company was adopted.

Key words: *rock formation, core, X-ray phase analysis, X-ray structure analysis, Rietveld method, RIR method, interlaboratory relative competition*

For citation: M.A. Aleksandrov, A.V. Solovyeva, N.N. Arzhilovskaya, R.S. Shulga Razvitiye metoda rentgenovskoy difraktsii v laboratorii mineralogii OOO «Tyumenskiy neftyanoy nauchnyy tsentr» [Development of the X-ray diffraction method in the mineralogy laboratory of Tyumen Petroleum Research Center LLC]. Neftyanaya Provintsiya, No. 1(37), 2024. pp. 59-73. DOI <https://doi.org/10.25689/NP.2024.1.59-73>. EDN DWONIB (in Russian)

Введение

В нефтяной геологии и разработке месторождений основным источником информации о минеральном составе пласта является метод рентгеновской дифракции. Это метод количественного и качественного определения фазового состава кристаллических образцов, основанный на изучении дифракции рентгеновских лучей. Выполняется на образцах, отобранных из керна, бокового керна или шлама, результатом является процентное содержание кристаллических минералов в породе. Полученные данные имеют различные возможности применения:

- Характеристика минералогической изменчивости изучаемого пласта;
- Определение минералов и групп минералов, влияющих на фильтрационные, петрофизические и геомеханические свойства горных пород;
- Калибровка данных геофизических исследований скважин (ГИС) для оценки геологических и извлекаемых запасов;
- Оценка качества коллектора.

В данной статье мы расскажем об истории становления и развития метода рентгеновской дифракции в лаборатории минералогии центра исследований керна ООО «ТННЦ».

Основы теории порошковой рентгеновской дифракции

В основе метода лежит явление дифракции рентгеновских лучей на трехмерной кристаллической решетке соединений, которое подчиняется условию Вульфа-Брэгга:

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = n\lambda,$$

где n – целое число, описывающее порядок дифракционного отражения; λ – длина волны рентгеновского луча; d_{hkl} – расстояние между плоскостями; θ_{hkl} – угол между пучком рентгеновских лучей и плоскостью. Вид дифракционной картины индивидуального соединения зависит от параметров элементарной ячейки, положения дифракционных максимумов, распределения атомов в ячейке, интенсивности рефлексов. Поэтому, каждое соединение обладает уникальной дифрактограммой. При регистрации дифракционной картины многокомпонентных смесей результат представляет собой наложение дифрактограмм индивидуальных соединений, причем положение рефлексов, относящихся к отдельным фазам, не меняется, а относительная интенсивность зависит от содержания фаз в смеси. Дифрактограммы, полученные в результате съемки обрабатывают в специализированных программах, проводят идентификацию фаз с подключением международной базы данных порошковой дифракции ICDD Database PDF2-4, а также количественную оценку найденных фаз на основании корундовых чисел, полученных интенсивностей пиков и параметров кристаллических решеток и кристаллитов.

Метод рентгеновской дифракции позволяет работать с различными типами образцов.

Материалы и методы

Объектом для исследования являлся комплекс минералогических исследований, позволяющий увеличить достоверность определения качественного и количественного минералогического состава горных пород, ис-

следуемых методом рентгенофазового анализа. На различных типах горных пород был проведен комплекс исследований, включающий в себя определение состава методом рентгенофазового и рентгенофлуоресцентного анализов, микронзондовый анализ методом растровой электронной микроскопии и съемка портативным рентгенфлуоресцентным спектрометром. Результаты комплексировались в различных вариациях.

Рентгенофазовый анализ (далее РСА) выполнялся на предварительно очищенных от нефтепродуктов образцах, с помощью рентгеновского дифрактометра. Для определения общего минерального состава куски горной породы предварительно дробились, затем измельчались в шаровой мельнице до размера 0,02 мкм. Съемка проводилась на рентгеновском дифрактометре. Рентгенофазовый анализ имеет ряд преимуществ, отличающих его от других методов анализа. К ним можно отнести сравнительную простоту исследования, скорость выполнения анализа, широкий спектр определяемых минералов.

Рентгенофлуоресцентный анализ (далее РФЛА) выполнялся в комплексе с РСА, образцы так же очищались от нефтепродуктов, затем отжигались в муфельной печи при 1000°C, формировались «таблетки» на подложке из борной кислоты. Съемка происходила на рентгенфлуоресцентном спектрометре. К плюсам метода РФЛА относятся: высокая точность анализа, низкий предел обнаружения, широкий спектр определяемых элементов, от бериллия до урана, возможность проведения неразрушающего исследования образца, а также простота изучения многокомпонентных образцов.

Для получения элементного состава в электронном растровом микроскопе на кусках керна, образец предварительно очищали от нефтепродуктов, помещали в камеру микроскопа и с помощью микронзондовой приставки получали химический состав того или иного минерала. В связи с тем, что разные месторождения имеют разные условия минералообразования и некоторые минералы с «плавающим» химическим составом, такие

как глины, имеют различный элементный профиль. Химический состав минералов необходим при начале работ по новым, ранее не исследованным в лаборатории минералогии объектам, для донастройки сопоставления пересчетного элементного состава по данным РСА с элементным составом полученным методом РФЛА.

Элементный состав на профиле керна получали с помощью портативного рентгеновского спектрометра. Съемка производилась с шагом 10-30 см, затем проводился пересчет из элементного состава в минеральный. Портативный анализатор позволяет повысить изученность по поверхности керна, что позволяет более точно построить минералогическую модель по профилю керна.

Все исследования проводились в лаборатории и на оборудовании ООО «ТННЦ», а также в лабораториях дочерних обществ ПАО НК «Роснефть».

История оснащения лаборатории ООО «ТННЦ»

В 2008 году в ТННЦ был приобретен рентгеновский дифрактометр Rigaku Ultima IV. Тогда началось внедрение рентгеноструктурного метода исследования. Первоначально исследовался методом РСА только минеральный состав пелитовой фракции. В редких случаях, для некоторых заказчиков, проводились исследования валового минерального состава образцов горных пород. В тот период расчет количественного содержания минералов производился пропорционально интенсивности их характеристического пика на дифрактограмме. В дальнейшем исследования валового минерального состава стали заказывать практически все заказчики.

В рамках расширения приборной базы в 2011 году был приобретен рентгеновский спектрометр Bruker S8 Tiger. В 2012 году была поставлена и запущена в работу методика по определению 26 элементов методом рентгенофлуоресцентного анализа по градуировочному графику. После ввода в

эксплуатацию рентгенофлуоресцентного спектрометра и опробования методики по определению элементного состава результаты стали использоваться для контроля результатов рентгеноструктурного анализа. С помощью петрохимических пересчетов полученные количественные данные минерального состава раскладывались на составляющие их элементы. Далее проводилось сопоставление содержания основных породообразующих элементов, полученных методом рентгенофлуоресцентного анализа. В основном, для сравнения использовались следующие элементы: кремний, алюминий, железо, калий, натрий, магний и кальций. Пример такого сопоставления представлен на рис. 1а и 1б для кремния и алюминия соответственно. Чем ближе угловой коэффициент прямой сопоставления РСА-РФЛА к единице, тем более сопоставимы данные получены. Тогда же, для новых объектов исследования, для уточнения химического состава минералов в цепочку определения минерального состава внедрили метод микрозондового анализа на электронном растровом микроскопе.

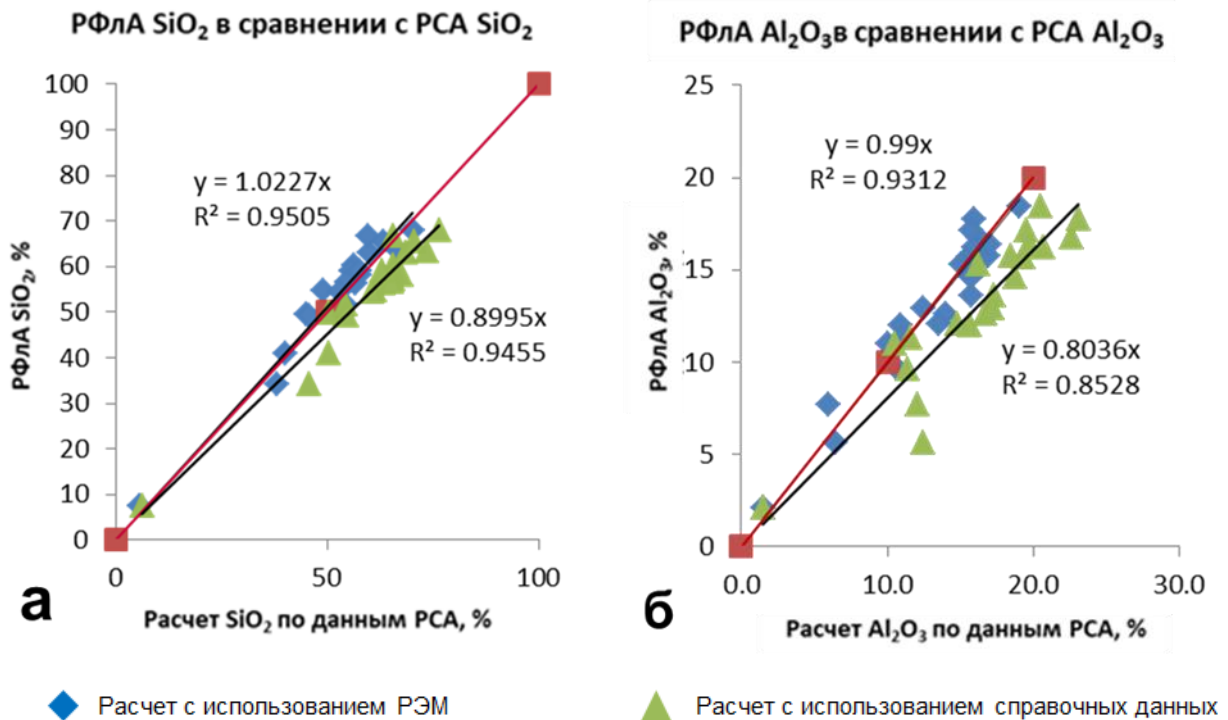


Рис. 1 График сопоставления содержания оксидов элементов полученных методами РСА и РФЛА

В процессе работы методика исследования минерального состава методом рентгеноструктурного анализа претерпела некоторые изменения. В частности, был изменен метод расчета количественного содержания минеральных фаз. Для более точного расчета стали применяться коэффициенты RIR, т.е. отношение высоты пика с максимальной интенсивностью на рентгенограмме исследуемого образца к высоте пика с максимальной интенсивностью образца корунда, который играет роль стандарта. Данные коэффициенты рассчитывались для часто встречающихся минералов, изучаемых конкретно на используемом дифрактометре Ultima IV.

В 2016 году в лабораторию были приобретены дифрактометр ДРОН 8 и портативный рентгенофлуоресцентный спектрометр Olympus Delta Professional. Приобретение нового дифрактометра позволило увеличить объем исследуемых проб методом PCA, а портативный спектрометр позволил исследовать элементный состав по профилю керна.

Опыт межлабораторных сличительных испытаний

Начиная с 2017 года, лаборатория начала принимать участие в межлабораторном контроле (далее МЛК) и межлабораторных сличительных испытаниях (далее МСИ). Во втором квартале 2017 года состоялись МСИ между исследовательскими лабораториями в периметре компании ПАО «НК Роснефть» организованные тюменским центром стандартизации и метрологии (далее ЦСМ). В них приняли участие три лаборатории, в том числе и лаборатория минералогии ООО «ТННЦ». Данные полученные в ходе исследований были статистически обработаны специалистами ЦСМ, а результаты представлены на рис. 2. В результате МСИ был сделан вывод о хорошей сходимости результатов лабораторий № 1 и ООО «ТННЦ» (№ 3), в лаборатории № 2 были получены некоторые сомнительные результаты.

Код лабора- тории	Шифр ОК	Минеральный состав горных пород, %											
		Кварц		Полевой шпат		Пирит (сульфид)		Кальцит		Доломит		Глинистые минералы	
		Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение
1	РСА - 1	56,1	Удовл.	3,0	Удовл.	<1,5	-	33,6	Удовл.	4,3	Удовл.	2,4	-
	РСА - 2	56,8	Удовл.	6,0	Удовл.	-	-	6,9	Удовл.	14,2	Удовл.	16,1	Удовл.
	РСА - 3	37,8	Удовл.	4,1	Удовл.	<1,5	-	27,9	Удовл.	12,8	Удовл.	16,4	Удовл.
	РСА - 5	<1,5	-	<1,5	-	-	-	32,3	Удовл.	66	Удовл.	-	-
2	РСА - 1	58,0	Удовл.	3,0	Удовл.	-	-	34,0	Удовл.	5	Удовл.	-	-
	РСА - 2	50,0	Сомнит.	13,0	Сомнит.	-	-	5,0	Удовл.	16	Удовл.	14	Удовл.
	РСА - 3	32,0	Удовл.	7,0	Удовл.	-	-	28,0	Удовл.	16	Удовл.	15	Удовл.
	РСА - 5	<1,5	-	5,0	Неудовл.	-	-	30,0	Удовл.	61	Удовл.	-	-
3	РСА - 1	60,8	Удовл.	3,9	Удовл.	<1,5	-	29,2	Удовл.	3,7	Удовл.	<1,5	-
	РСА - 2	63,1	Удовл.	7,4	Удовл.	<1,5	-	5,1	Удовл.	14	Удовл.	9,4	Сомнит.
	РСА - 3	37,3	Удовл.	4,8	Удовл.	<1,5	-	33,0	Удовл.	12,5	Удовл.	11,2	Удовл.
	РСА - 5	1,6	-	-	-	-	-	34,6	Удовл.	63,8	Удовл.	-	-

Код лабора- тории	Шифр ОК	Минеральный состав горных пород, %													
		Кварц		Полевой шпат		Пирит (сульфид)		Галит		Кальцит		Доломит		Ангидрит	
		Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение	Результат	Заключение
1	РСА-4	8,9	Удовл.	13,6	Удовл.	<1,5	-	6,3	Удовл.	43,1	Удовл.	15,9	Удовл.	11,2	Удовл.
2	РСА-4	3	Неудовл.	20	Неудовл.	<1,5	-	2	Неудовл.	42	Удовл.	10	Неудовл.	20	Сомнит.
3	РСА-4	12,1	Удовл.	8,2	Удовл.	<1,5	-	3,4	Удовл.	42,3	Удовл.	20	Удовл.	13	Удовл.

Рис. 2 Результаты МСИ между исследовательскими лабораториями

В 2017 году, в рамках договора об исследованиях горных пород для одного из зарубежных партнеров, в лабораторию минералогии были переданы три образца. Цель – ознакомиться с лабораторными процедурами для определения общего минералогического состава, применяемыми в лаборатории минералогии ООО «ТННЦ», определить сходства и различия в измерениях и количественной оценке по методу РСА, при необходимости дать рекомендации по методике исследований. Результаты данной проверки представлены на рис. 3.

Результаты ТННЦ

Образец	Кварц	Альбит	КПШ	Кальцит	Доломит	Сидерит	Пирит	Анаказ	Мусковит	Иллит+И/С	Каолинит	Хлорит	Итого
ОБРАЗЕЦ-В-В	63.2	8.5	6.8		4.8	0		0		8.3	2.6	5.8	100
ОБРАЗЕЦ-Ф-В	8.4		0	89.4	2.2	0		0			0	0	100
ОБРАЗЕЦ-Г-В	69.3	1.6	11			0	1.3	0		9.5	5.3	2	100

Контрольные значения для сравнения

Образец	Кварц	Плагиоклаз	КПШ	Кальцит	Доломит	Сидерит	Пирит	Анаказ	Мусковит	Иллит+И/С	Каолинит	Хлорит	Итого
ОБРАЗЕЦ-В-В	53	19.5	4	0.5	3.9	0.5	0.5	0	5.9	6.5	0	5.8	100.1
ОБРАЗЕЦ-Ф-В	9	0	0	89.6	1.4	0	0	0	0	trace	0	0	100
ОБРАЗЕЦ-Г-В	34.1	10.6	4.3	0.8	0	0.3	0.6	0.1	0	40.2	8.8	0.2	100

Отклонение, значения ТННЦ минус контрольные значения

Образец	Кварц	Плагиоклаз	КПШ	Кальцит	Доломит	Сидерит	Пирит	Анаказ	Мусковит	Иллит+И/С	Каолинит	Хлорит	Итого ошибка
ОБРАЗЕЦ-В-В	10.2	-11	2.6	-0.5	0.9	-0.5	-0.5	0	-5.9	1.8	2.6	0	36.7
ОБРАЗЕЦ-Ф-В	-0.6	0	0	-0.2	0.8	0	0	0	0		0	0	1.6
ОБРАЗЕЦ-Г-В	35.2	-9	6.7	-0.8	0	-0.3	0.7	-0.1	0	-30.7	-3.5	1.8	88.8

Результаты ТННЦ (после РФА)

Образец	Кварц	Плагиоклаз	КПШ	Кальцит	Доломит	Сидерит	Пирит	Анаказ	Мусковит	Иллит+И/С	Каолинит	Хлорит	Итого
ОБРАЗЕЦ-В-В	48	17.5	4.3	0.1	8.8	1.6	0.4			6.3	3	10	100
ОБРАЗЕЦ-Г-В	50.2	9.2	7.3	1.5	1	1.9	1.3			15.6	10.1	1.9	100

Отклонение, значения ТННЦ (после РФА) минус контрольные значения

Образец	Кварц	Плагиоклаз	КПШ	Кальцит	Доломит	Сидерит	Пирит	Анаказ	Мусковит	Иллит+И/С	Каолинит	Хлорит	Итого ошибка
ОБРАЗЕЦ-В-В	-5	-2	0.3	-0.4	4.9	1.1	-0.1	0	-5.9	-0.2	3	4.2	27.1
ОБРАЗЕЦ-Г-В	16.1	-1.4	3	0.7	1	1.6	0.7	-0.1	0	-24.6	1.3	1.7	52.2

Рис. 3. Результаты МЛК проведенного компанией-заказчиком

По результатам данных испытаний специалистами зарубежной компании были внесены корректировки для снижения погрешности результатов определения минерального состава методом РСА. Одним из таких изменений была закупка специализированной мельницы для тонкого измельчения. Так, в конце 2017 года была приобретена вибрационная мельница XRD-Mill McCrone, что привело к снижению погрешности вносимой при подготовке проб к исследованиям. Также для снижения погрешности и оценки правильности результатов определения минерального состава на постоянной основе внедрена практика сопоставления данных РСА-РФЛА с использованием петрохимических пересчетов.

Кубок Рейнольдса

В 2020 году лаборатория минералогии ЦИК «ТННЦ» приняла участие в международном турнире по определению минерального состава «Кубок Рейнольдса» (проводится «Clay mineral society»). Основная цель «Кубка Рейнольдса» – стимулировать совершенствование аналитических методов и индивидуальных навыков при изучении минералогического состава горных пород. Образцы для изучения представляют собой смеси искусственных минералов, обычно встречающиеся в естественных осадочных породах или почвах. Информация о представленном типе породы предоставляется вместе с образцами. Обычно, победитель предыдущего кубка подготавливает смеси для следующего конкурса. Результаты публикуют на сайте «Clay mineral society». В мае 2020 года в лабораторию минералогии поступили 3 образца. Проанализировав эти образцы методами РСА с использованием коэффициентов RIR и РФЛА, были составлены таблицы с результатами и предоставлены организаторам. После подведения итогов и объявления результатов, были сделаны выводы о недостаточной точности метода РСА с использованием RIR. В лаборатории минералогии

необходимо развивать более универсальный метод расчета минералогического состава по Ритвельду.

Межлабораторный контроль в периметре Компании

В 2020 году на экспертном совете в рамках деятельности специализированного института по исследованию керна и пластовых флюидов ООО «ТННЦ» (далее СИ КиФ) было предложено проведение МЛК по минералогическим исследованиям в лабораториях ПАО «НК Роснефть». В испытаниях приняли участие пять лабораторий, в том числе и лаборатория минералогии ООО «ТННЦ». По результатам МЛК был сделан вывод об удовлетворительности результатов всех участников, но с целью минимизации расхождений и снижения погрешности метода РСА всем лабораториям необходимо использовать в расчетах количественного минерального состава метод полнопрофильного анализа по Ритвельду.

В 2021-2022 годах специалистами лаборатории минералогии были опробованы несколько программных комплексов, позволяющих проводить расчеты методом полнопрофильного анализа, результаты были представлены на экспертном совете при СИ КиФ. В результате было установлено, что использование различных программных комплексов при расчетах по методу Ритвельда не влияет на результат анализа. В данный момент в лаборатории минералогии ООО «ТННЦ» используется два комплекса: «PDXL2» и «Profex» с использованием международной базы дифракционных стандартов ICDD PDF-2 Release 2015.

В 2023 году по предложению одного корпоративного института ПАО «НК Роснефть» были проведены МЛК по определению минерального состава методом РСА с использованием при расчете метода полнопрофильного анализа по Ритвельду. В нем приняли участие четыре лаборатории, в том числе и лаборатория минералогии ООО «ТННЦ». Пробы были приготовлены из чистых минералов, содержание каждого минерала в про-

бе не должно было быть ниже 5,0%_{масс.} Для установления минерального состава допускалось использовать любой метод применяемый в лаборатории. В «ТННЦ» были использован только метод РСА.

При подведении итогов было принято решение об удовлетворительности результатов всех лабораторий, но лаборатория минералогии ООО «ТННЦ» показала наименьшую погрешность при определении минералогического состава четырех синтетических смесей минералов. Результаты представлены на рис. 4.

Проба	Минерал	Лаборатория 1				Лаборатория 2				ООО "ТННЦ"				Лаборатория 4					
		Содержание, %	Измерено, %	Δ, %	Z	Содержание, %	Измерено, %	Δ, %	Z	Содержание, %	Измерено, %	Δ, %	Z	Содержание, %	Измерено, %	Δ, %	Z		
1	Кварц	9.5	14.1	4.6	2.8	9.5	14.4	4.9	1.9	9.5	14.3	4.8	1.9	9.5	8.2	1.3	0.5		
	Кальцит	15.5	8.6	6.9	2.5	15.5	2.1	13.4	4.4	15.5	13.2	2.3	1.3	15.5	20.5	5.0	2.9		
	Доломит	45.5	51.1	5.6	2.5	45.5	67.0	21.5	6.8	45.5	49.3	3.8	2.1	45.5	39.1	6.4	3.5		
	Барит	8.5	6.1	2.4	1.6	8.5	2.4	6.1	2.7	8.5	5.1	3.4	1.5	8.5	2.8	5.7	2.5		
	Галит	7.0	9.5	2.5	2.0	7.0	3.5	3.5	1.9	7.0	6.9	0.1	0.1	7.0	2.9	4.1	2.2		
	Ангидрит	14.0	10.6	3.4	1.4	14.0	10.6	3.4	0.9	14.0	11.2	2.8	1.8	14.0	26.5	12.5	8.1		
Итого		100.0	100.0	25.4		100.0	100.0	52.8		100.0	100.0	17.2		100.0	100.0	35.0			
2	Каолинит	20.0	14.0	6.0	1.7	20.0	16.3	3.7	0.9	20.0	19.7	0.3	0.1	20.0	6.5	13.5	6.1		
	Кварц	20.0	22.9	2.9	0.8	20.0	8.9	11.1	2.8	20.0	19.8	0.2	0.1	20.0	21.6	1.6	0.7		
	Кальцит	20.0	18.4	1.6	0.5	20.0	39.0	19.0	4.9	20.0	19.8	0.2	0.1	20.0	15.6	4.4	2.0		
	Доломит	20.0	17.0	3.0	0.9	20.0	7.1	12.9	3.3	20.0	19.1	0.9	0.4	20.0	27.1	7.1	3.2		
	Ангидрит	20.0	25.1	5.1	1.5	20.0	28.7	8.7	2.2	20.0	21.6	1.6	0.7	20.0	29.2	9.2	4.2		
	Итого		100.0	97.4	18.6		100.0	100.0	55.4		100.0	100.0	3.2		100.0	100.0	35.8		
3	Вермикулит	14.3	8.6	5.7	2.3	14.3	3.8	10.5	2.7	14.3	14.3	0.0	0.0	14.3	6.8	7.5	4.8		
	Каолинит	27.4	27.8	0.4	0.3	27.4	26.5	0.9	0.3	27.4	27.2	0.2	0.1	27.4	4.8	22.6	7.5		
	Хлорит	0.0	0.0	0.0		0.0	7.6	7.6		0.0	0.0		0.0	0.0	0.0				
	Кварц	18.0	20.8	2.8	0.9	18.0	10.1	7.9	2.3	18.0	20.6	2.6	1.3	18.0	50.4	32.4	16.4		
	Кальцит	17.1	13.8	3.3	1.1	17.1	19.7	2.6	0.8	17.1	17.8	0.7	0.4	17.1	10.6	6.5	3.5		
	Доломит	0.0	4.2	4.2		0.0	2.2	2.2		0.0	0.0		0.0	0.0	0.0				
	Ангидрит	22.9	22.1	0.8	0.7	22.9	27.4	4.5	1.0	22.9	20.1	2.8	1.1	22.9	27.4	4.5	1.8		
	Иллит	0.3	2.7	2.4	47.5	0.3	2.7	2.4	24.8	0.3	0.0	0.3	3.7	0.3	0.0	0.3	3.7		
	Итого		100.0	100.0	19.6		100.0	100.0	38.6		100.0	100.0	6.6		100.0	100.0	73.9		
4	Кварц	10.0	13.7	3.7	2.1	10.0	7.3	2.7	1.0	10.0	14.8	4.8	1.8	10.0	16.5	6.5	2.4		
	Кальцит	50.0	54.9	4.9	2.0	50.0	69.1	19.1	5.5	50.0	53.3	3.3	1.7	50.0	42.0	8.0	4.0		
	Доломит	10.0	9.0	1.0	0.6	10.0	7.7	2.3	0.9	10.0	9.8	0.2	0.1	10.0	12.7	2.7	1.0		
	Галит	20.0	15.7	4.3	1.2	20.0	10.3	9.7	2.5	20.0	15.6	4.4	2.0	20.0	20.2	0.2	0.1		
	Сильвин	10.0	6.7	3.3	1.9	10.0	5.6	4.4	1.6	10.0	6.5	3.5	1.3	10.0	8.6	1.4	0.5		
	Итого		100.0	100.0	17.2		100.0	100.0	38.2		100.0	100.0	16.2		100.0	100.0	18.8		
				80.8					185.0					43.2					163.5

Рис. 4 Результаты МСИ-2023 между лабораториями ПАО «НК Роснефть»

В данный момент в лаборатории минералогии ООО «ТННЦ» количественное содержание минералов методом РСА проводится по методу Ритвельда в двух программных комплексах с сопоставлением с данными элементного состава полученных методом РФЛА, с помощью петрохимических пересчетов в автоматическом режиме. Данные микронзондового анализа методом растровой электронной микроскопии используются при первичной подстройке при изучении новых объектов, ранее неисследованных в лаборатории минералогии ООО «ТННЦ».

Планы

Лаборатория минералогии в настоящий момент ведет несколько проектов по развитию направления.

В связи с большим объемом исследований и внедрением результатов в ИС РН-ЛАБ создан блок «Минералогия», который сейчас активно загружается историческими и современными исследованиями, с целью цифровизации результатов минералогических исследований. Данный блок позволит использовать накопленные за годы исследований результаты РСА по объектам, для повышения точности интерпретации.

Так же в ООО «ТННЦ» ведется разработка модуля пересчета элементного состава пород в минеральный «МодЭлМин», область применения – для настройки петрофизических моделей и повышение информативности результатов записи импульсного нейтронн-гамма спектрометрического каротажа (ИНГК-С).

В рамках развития приборной базы и увеличения производительности лаборатории минералогии ООО «ТННЦ» в 2024-2025 гг. запланирована покупка нового дифрактометра.

Заключение

В настоящий момент в лаборатории минералогии ООО «ТННЦ» сформировалась приборная и академическая база позволяющая анализировать качественный и количественный минералогический состав методом рентгеновской дифракции таких объектов как керновый материал, буровой шлам, АСПО, продуктов коррозии и механические примеси. В некоторых случаях погрешность удалось снизить до 8%_{масс}.

Специалисты постоянно совершенствуют методики изучения минерального состава пород.

В настоящее время метод РСА является самым востребованным при определении минералогического состава пород.

Потребность в данных исследованиях методом РСА растет с каждым годом, особенно при разработке нетрадиционных коллекторов со сложным минеральным составом (березовская, баженовская свиты, отложения фундамента и др.).

С увеличением доли нетрадиционных типов коллекторов со сложным минеральным составом роль минералогических данных в повышении эффективности литолого-минералогического состава горных пород только возрастает. Результаты исследований играют весомую роль и имеют широкое применение в нефтяной геологии.

Список литературы

1. Михалкина О.Г. Применение метода рентгеновской дифракции для исследования керна и техногенных продуктов // Вести газовой науки. 2016. №4. С. 96-107.
2. Рентгенография основных типов породообразующих минералов (слоистые и каркасные силикаты). Под ред. В.А. Франк-Каменецкого. – Л.: Недра, 1983. С. 159.
3. Панев Е.В., Гильманов Я.И. Опыт ООО "ТННЦ" по изучению керна методом растровой электронной микроскопии // Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений. 2021. №6. С. 50-56.
4. Розен О.М., Аббясов А.А. Количественный минеральный состав осадочных пород: расчет по петрохимическим данным, анализ достоверности результатов // Литология и полезные ископаемые. 2003. №3. С. 299-312.
5. Розен О.М., Аббясов А.А., Мигдисов А.А., Бреданова Н.В. Минеральный состав осадочных пород: расчет по петрохимическим данным // Изв. Вузов. Геология и разведка . 1999. №4. С. 21-35.
6. ICDD Database PDF2 [Электронный ресурс]. – PA: ICDD, 2015. – 1 электрон. опт. диск (Cd-ROM).

References

1. Mikhalkina O.G. Application of X-ray diffraction to studying core and man-caused products. *Vesti Gazovoi Nauki* [Gas Science News]. 2016, No.4, pp.96-107 (in Russian)
2. Frank-Kamenetsky V.A. *Rentgenografiya osnovnykh tipov porodoobrazuyushchih mineralov (sloistye i karkasnye silikaty)* [X-ray examination of basic types of rock-forming minerals]. Leningrad, Nedra Publ., 1983, 159 p. (in Russian)
3. Panev E.V., Gilmanov Ya.I. *Opyt OOO "TNNC" po izucheniyu kerna metodom rastrovoy elektronnoy mikroskopii* [TNNC experience in core analysis by scanning electron microscopy]. *Geologiya, Geofizika i Razrabotka Neftyanyh i Gazovyh Mestorozhdenij* [Geology, Geophysics and Development of Oil and Gas Reservoirs]. 2021, No.6, pp.50-56 (in Russian)
4. Rozen O.M., Abbyasov A.A. *Kolichestvennyj mineralnyj sostav osadochnykh porod: raschet po petrohimicheskim dannym, analiz dostovernosti rezultatov* [Quantitative composition of sedimentary rocks: petrochemical data analysis, results verification]. *Litologi-*

- ya I Poleznye Iskopaemye* [Lithology and Mineral Deposits]. 2003, No.3, pp. 299-312 (in Russian)
5. Rozen O.M., Abbyasov A.A., Migdisov A.A., Bredanova N.V. *Mineralnyj sostav osadochnyh porod: raschet po petrohimicheskim dannym* [Mineral composition of sedimentary rocks defined from petrochemical data]. *Geologiya i Razvedka* [Geology and Exploration]. 1999, No.4, pp. 21-35 (in Russian).
 6. ICDD Database PDF2 [electronic resource]. – PA: ICDD, 2015.

Сведения об авторах

Александров Максим Александрович, заведующий лабораторией минералогии, ООО «Тюменский нефтяной научный центр»
Россия, 625000, Тюмень, ул.Осипенко, 79/1
E-mail: maaleksandrov@tnnc.rosneft.ru

Соловьева Анна Владимировна, кандидат химических наук, главный специалист лаборатории минералогии, ООО «Тюменский нефтяной научный центр»
Россия, 625000, Тюмень, ул.Осипенко, 79/1
E-mail: avsolovyova@tnnc.rosneft.ru

Аржиловская Наталья Николаевна, начальник отдела минералогических и петрографических исследований, ООО «Тюменский нефтяной научный центр»
Россия, 625000, Тюмень, ул.Осипенко, 79/1
E-mail: nnarzhilovskaya@tnnc.rosneft.ru

Шульга Роман Сергеевич, начальник управления лабораторных исследований, ООО «Тюменский нефтяной научный центр»
Россия, 625000, Тюмень, ул.Осипенко, 79/1
E-mail: rsshulga@tnnc.rosneft.ru

Authors

M.A. Aleksandrov, Head of Mineralogy Laboratory,
Tyumen Petroleum Research Center LLC
79/1, Osipenko st., Tyumen, 625000, Russian Federation
E-mail: maaleksandrov@tnc.rosneft.ru

A.V. Solovyeva, Candidate of Chemical Sciences, Chief Specialist of the Laboratory of Mineralogy, Tyumen Petroleum Research Center LLC
79/1, Osipenko st., Tyumen, 625000, Russian Federation
E-mail: avsolovyova@tnc.rosneft.ru

N.N. Arzhilovskaya, Head of the Department of Mineralogical and Petrographic Research, Tyumen Petroleum Research Center LLC
79/1, Osipenko st., Tyumen, 625000, Russian Federation
E-mail: nnarzhilovskaya@tnc.rosneft.ru

R.S. Shulga, Head of Laboratory Research Department,
Tyumen Petroleum Research Center LLC
79/1, Osipenko st., Tyumen, 625000, Russian Federation
E-mail: rsshulga@tnc.rosneft.ru

Статья поступила в редакцию 04.11.2023
Принята к публикации 21.03.2024
Опубликована 30.03.2024