



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **92718** (13) **C2**
(51) **МПК (2009)**
E21B 43/267 (2006.01)
E21B 43/25
E21B 43/26 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) КОМПОЗИЦІЯ РОЗКЛИНЮВАЛЬНОГО АГЕНТА, ЩО МІСТИТЬ НЕРАДІОАКТИВНИЙ ВИЯВЛЮВАНИЙ ІНДИКАТОР, СПОСІБ ЇЇ ОДЕРЖАННЯ ТА СПОСІБ ПРОСТЕЖЕННЯ ЗВОРОТНОГО ПОТОКУ РОЗКЛИНЮВАЛЬНОГО АГЕНТА

1

(21) a200611604
(22) 22.03.2005
(24) 10.12.2010
(86) PCT/US2005/009511, 22.03.2005
(31) 60/559,600
(32) 05.04.2004
(33) US
(46) 10.12.2010, Бюл.№ 23, 2010 р.
(72) УІЛСОН БРЕТТ, US, ДЬЮНКЕЛ РОБЕРТ, US, ПАЛАМАРА ТОМАС К., US
(73) КАРБО СЕРАМІКС ІНКОРПОРЕЙТЕД, US
(56) US 2003/196799, A1, 23.10.2003
EP 1355038, A, 22.10.2003
US 4879181, A, 07.11.1989
US 5243190, A, 07.09.1993
UA 46816, C2, 17.06.2002
(57) 1. Композиція розклинювального агента, яка містить нерадіоактивний виявлюваний індикатор, який щонайменше частково введений в керамічну композицію, вибраний з групи: оксиди, гідроксиди, карбонати та їх комбінації, що містять метал, вибраний з групи: лантаніди, стронцій, барій, галій, германій, тантал, цирконій, ванадій, хром, марганець та їх поєднання.
2. Композиція розклинювального агента за п. 1, яка є у вигляді частинки.
3. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій нерадіоактивний виявлюваний індикатор придатний для виявлення за допомогою хімічного аналізу.
4. Композиція розклинювального агента за п. 3, в якій нерадіоактивний виявлюваний індикатор придатний для виявлення за допомогою методів рентгенівської флуоресценції, індуктивно зв'язаної плазми або рентгенівського випромінювання при збудженні протонами.
5. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій лантаніди вибрані з групи: лантан, церій та їх поєднання.
6. Композиція розклинювального агента за п. 5, в якій метал індикатора вибраний з групи: лантан, церій, стронцій, барій, галій, германій і їх поєднання.

2

7. Композиція розклинювального агента за п. 6, в якій метал індикатора вибраний з групи: лантан, церій і їх поєднання.
8. Композиція розклинювального агента за п. 2, яка по суті вільна від смоли.
9. Композиція розклинювального агента за п. 2, яка в основному містить нерадіоактивний виявлюваний індикатор, який щонайменше частково введений в керамічну композицію.
10. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій частинка містить нерадіоактивний виявлюваний індикатор, який щонайменше частково введений в керамічну композицію.
11. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 20 до приблизно 40 меш.
12. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 16 до приблизно 20 меш.
13. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 30 до приблизно 50 меш.
14. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 30 до приблизно 60 меш.
15. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 16 до приблизно 30 меш.
16. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій нерадіоактивний виявлюваний індикатор містить множину металів.
17. Композиція розклинювального агента за п. 2, в якій вміст нерадіоактивно виявлюваного індикатора становить від приблизно 0,03 до приблизно 0,2 % від маси композиції.
18. Композиція розклинювального агента за п. 17, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 16 до приблизно 20 меш.
19. Композиція розклинювального агента за п. 17, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 30 до приблизно 50 меш.
20. Композиція розклинювального агента за п. 17, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 30 до приблизно 60 меш.

(13) **C2**
(11) **92718**
(19) **UA**

21. Композиція розклинювального агента за п. 17, в якій частинка має розмір в діапазоні від приблизно 16 до приблизно 30 меш.
22. Спосіб одержання частинки, яка містить нерадіоактивний виявлюваний індикатор і керамічну композицію, що включає змішування порошку керамічної композиції і порошку нерадіоактивного виявлюваного індикатора з одержанням їх суміші, подрібнення суміші з одержанням гомогенної суміші, утворення гранул із гомогенної суміші і відпалювання гранул при температурі і протягом часу, які достатні для спікання гранул для одержання частинки, причому нерадіоактивний виявлюваний індикатор вибирають з групи: оксиди, гідроксиди, карбонати і їх комбінації, які містять метал, вибраний з групи: лантаніди, стронцій, барій, галій, германій, тантал, цирконій, ванадій, хром, марганець та їх поєднання.
23. Спосіб за п. 22, в якому нерадіоактивний виявлюваний індикатор не присутній в керамічній композиції або присутній в керамічній композиції в концентрації менше ніж приблизно 1000 мас. ч. на мільйон.
24. Спосіб за п. 22, в якому утворення агломерату та надання форми агломерату здійснюють безперервною атомізацією шляхом розпилення, псевдо-зрідженням шляхом розпилення, сушінням розпиленням або пресуванням.
25. Спосіб за п. 22, в якому частинка має розмір в діапазоні від приблизно 20 до приблизно 40 меш.
26. Спосіб за п. 22, в якому нерадіоактивний виявлюваний індикатор придатний для виявлення за допомогою хімічного аналізу.
27. Спосіб за п. 22, в якому нерадіоактивний виявлюваний індикатор придатний для виявлення методом рентгенівської флуоресценції, методом індуктивно зв'язаної плазми або рентгенівського випромінювання при збудженні протонами.

28. Спосіб за п. 22, в якому нерадіоактивний виявлюваний індикатор вибирають з групи: оксиди, гідроксиди, карбонати та їх комбінації, що містять метал, вибраний з групи: лантаніди, стронцій, барій, галій, германій, тантал, цирконій, ванадій, хром, марганець і їх поєднання.
29. Спосіб за п. 27, в якому метал індикатора вибирають з групи: лантан, церій, стронцій, барій, галій, германій і їх поєднання.
30. Спосіб за п. 28, в якому метал індикатора вибирають з групи: лантан, церій і їх поєднання.
31. Спосіб за п. 28, в якому частинка по суті не містить смоли.
32. Спосіб за п. 28, в якому частинка в основному містить нерадіоактивний виявлюваний індикатор, який щонайменше частково входить в керамічну композицію.
33. Спосіб простеження зворотного потоку розклинювального агента в розриві підземного пласта, в якій була введена множина частинок композиції розклинювального агента за п. 2, який включає аналіз зразка із зворотного потоку шляхом детектування присутності індикатора в зразку.
34. Спосіб за п. 33, за яким, за наявності в підземному пласті декількох зон, зворотний потік простежують, використовуючи частинки декількох типів композицій розклинювального агента за п. 17, причому частинки композицій кожного типу помічають індикатором, відмінним від індикаторів в частинках інших типів композицій розклинювального агента, спрямовують частинки композицій розклинювального агента кожного типу в різні зони, аналізують зразок зворотного потоку щонайменше з однієї із зон шляхом детектування присутності кожного з індикаторів, і таким чином ідентифікують тип частинок композицій розклинювального агента, зв'язаних із зворотним потоком.
35. Спосіб за п. 33, в якому щонайменше один з індикаторів є комбінацією індикаторів різних типів.

1. Галузь техніки, якої стосується винахід

Даний винахід стосується розклинювальних агентів і, зокрема, розклинювальних агентів, що містять мітку, яка дозволяє виявити присутність розклинювального агента.

2. Опис попереднього рівня техніки

Одна з проблем, виникаючих при спробі максимально збільшити видобуток вуглеводнів, таких як сира нафта і природний газ, з підземних пластів, полягає в тому, що вуглеводні утримуються у важко проникних породах. Фактично свердловини часто вміщують велику кількість вуглеводню, який утримується подібними важко проникними пластинами. Зрозуміло, вуглеводень, що утримується, на силу попадає в стовбур свердловини.

У зв'язку з цим підземні пласти, які містять вуглеводні, часто піддають гідравлічному розриву для збільшення видобутку вуглеводню з пластів. Звичайно гідравлічний розрив пласта передбачає нагнітання текучих середовищ на водній або вуглеводневій основі, що мають збільшену в'язкість, в стовбур свердловини з швидкістю і під тиском, які перевищують напруження пласта, що викликає

утому порід і спричиняє розкриття розривів або формування нових розривів у пласті. Розриви являють собою природні або створені тріщини або канали в материнській породі. Текучі середовища, що нагнітаються, звичайно містять розклинювальний агент. Розклинювальний агент являє собою частинки твердої речовини, такі як пісок або керамічні частинки, які можуть бути покриті або не бути покриті іншою речовиною, такою як смола. Після зменшення тиску розриви, які в іншому випадку виявляють тенденцію до закриття, залишаються відкритими завдяки розклинювальному агенту, який залишається в розриві, завдяки чому формуються більш провідні канали, які дозволяють нафті або газу надходити в стовбур свердловини після зменшення тиску.

Проте часто значна порція розклинювального агента не залишається в розривах, а проходить назад в стовбур свердловини. Вказаний зворотний потік розклинювального агента не тільки знижує ефективність, внаслідок того, що розклинювальний агент, який повернувся назад, не зміг виконати своє призначення і зберегти відкритим утворений

розрив, але і може призвести до серйозного зносу виробничого обладнання. У свердловинах, в яких існує більш ніж одна зона, в яку був доставлений розклинювальний агент, може виявитись складним визначити, яка із зон може бути джерелом проблеми зворотного потоку розклинювального агента. За вказаною причиною проблема зворотного потоку розклинювального агента викликає особливі труднощі в подібних свердловинах.

Був розроблений ряд способів, в яких пропонується способи ідентифікації зони або зон, які є джерелом зворотного потоку розклинювального агента. У загальному випадку ці способи передбачають введення мітки в розклинювальний агент за допомогою індикатора або маркера, який може бути виявлений за допомогою стандартної методики. Відповідно до деяких методів, розклинювальний агент, що доставляється в кожну зону, починають за допомогою індикатора, відмінного від індикаторів, які пов'язані з іншими зонами. Визначаючи, який з індикаторів присутній в розклинювальному агенті, зворотний потік якого повернувся з пласта, можна встановити зону, з якої сталося відтікання розклинювального агента.

Проте, жоден з розроблених на даний час способів, не є повністю задовільним. Наприклад, можна використати радіоактивні ізотопні індикатори, однак радіоактивні речовини можуть мати короткий термін зберігання, бути складні в поводженні з ними, а також можуть шкідливо впливати на навколишнє середовище. У Патенті США № 6691780 описується спосіб введення мітки в розклинювальні агенти за допомогою не радіоактивних речовин, однак при застосуванні вказаного способу використовують мітку в складі полімеру, яким покривають розклинювальний агент. Таким чином, спосіб обмежений розклинювальними агентами, які містять полімерне покриття, і він чутливий до втрати міток у випадку, якщо покриття втрачається внаслідок тертя, нагрівання або під впливом інших чинників.

У результаті, як і раніше, необхідні розклинювальні агенти, що володіють кращими властивостями, а також способи їх отримання, які дозволяють уникнути вищезгаданих проблем. Зокрема, бажано, щоб розклинювальний агент, який містить мітку, не був радіоактивним, а мітка була введена в нього за допомогою такого метода, який був би не чутливий до втрати індикатора внаслідок тертя і таке інше. Більш того, оскільки розклинювальні агенти повинні бути суспендовані в рідкому носії і повинні протистояти значним силам з тим, щоб розклинити і розкрити розрив, і оскільки призначення розклинювальних агентів полягає в збільшенні потоку фільтрату, або в збільшенні "провідності" текучих середовищ, то розклинювальний агент, який містить мітку, повинен володіти силою і щільністю розклинювального агента, який не містить мітку, і повинен забезпечувати щонайменше таку ж питому провідність (тобто, такий же потік фільтрату рідини), що і розклинювальний агент, який не містить мітку.

Суть винаходу

Таким чином, якщо коротко, то даний винахід стосується нової композиції розклинювального агента, що містить не радіоактивний, виявлюваний

індикатор, який щонайменше частково входить в керамічну композицію.

Даний винахід стосується також способу отримання частинки, що містить не радіоактивну виявлювану речовину, і керамічну речовину, при цьому спосіб передбачає агломерацію гранул керамічної речовини і гранул не радіоактивної речовини для отримання частинки методом пресування.

Даний винахід стосується також способу отримання частинок, які практично не містять смолу, які можуть не містити покриття з смоли, однак можуть (якщо необхідно) щонайменше частково бути покриті смолою, при цьому суть способу полягає в агломерації гранул керамічної речовини і гранул не радіоактивної, виявлюваної речовини для отримання частинок, що не містять смолу по суті, які являють собою не радіоактивну виявлювану речовину, яка щонайменше частково входить в керамічну речовину. Якщо покриття необхідне, то здобута вказаним чином частинка, що не містить смолу по суті, може потім щонайменше частково бути покрита покривною речовиною.

Даний винахід стосується також нового способу дослідження зворотного потоку розклинювального агента з розриву підземного пласта, в який була введена безліч частинок композиції вказаного розклинювального агента, що містить мітку. Відповідно до способу за даним винаходом, проводять аналіз зразка із зворотного потоку шляхом детектування присутності індикатора в зразку.

Серед переваг даного винаходу можна відзначити наступні: забезпечення мітки, яка переважніше є невід'ємною частиною керамічної речовини, ніж пов'язана з керамічною речовиною за рахунок нанесення покриття; забезпечення розклинювального агента, що містить подібну мітку; забезпечення вказаного розклинювального агента, який зберігає необхідну міцність, щільність і питому провідність, незважаючи на присутність мітки; забезпечення способу отримання подібного розклинювального агента, що містить мітку; і забезпечення способу дослідження зворотного потоку частинок з подібними розклинювальними агентами.

Подальші особливості і переваги даного винаходу, а також різні варіанти даного винаходу детально описуються нижче з посиланням на відповідні креслення.

Короткий опис креслення

На Фіг. наведений графік питомої провідності розклинювального агента, що не містить мітку, в порівнянні з питомою провідністю розклинювального агента, що містить індикатор "А", і розклинювального агента, що містить індикатор "В", де індикатором "А" є оксид лантану, а індикатором "В" є оксид церію.

Докладний опис переважних варіантів здійснення даного винаходу

Згідно з даним винаходом, несподівано було виявлено, що не радіоактивний індикатор може розміщуватись в керамічному розклинювальному агенті, не зменшуючи при цьому міцність або питому провідність розклинювального агента або не змінюючи небажаним чином його щільність. Фактично розклинювальні агенти можуть бути поміче-

ні, відповідно до способів за даним винаходом, таким чином, що можна одержати різні варіанти розклинювального агента, що містить мітку, які мають ідентичну міцність і не знижують своєї густини. Більш того, оскільки мітка входить до складу кераміки, то вона стійка до зносу або відшарування і виділення з розклинювального агента внаслідок тертя, нагрівання або внаслідок інших чинників, з якими звичайно доводиться стикатися розклинювальному агенту. А оскільки індикатори, які є об'єктом даного винаходу, не розкладаються так, як радіоактивні ізотопні індикатори, вони не впливають шкідливо і мають практично необмежену стійкість при зберіганні.

Незважаючи на те, що, відповідно до способів за даним винаходом, найбільш прийнятними для внесення мітки є частинки, що являють собою боксит, або частинки, одержані з бокситу ("істинного" бокситу низької міри чистоти), каоліну або інші частинки, які складаються з одного або декількох типів глин, оксид алюмінію, оксид кремнію і суміші будь-яких вищезгаданих сполук, автори винаходу вважають, що, відповідно до способів за даним винаходом, можна ввести мітку в будь-який керамічний розклинювальний агент. Відомо чимало керамічних речовин, придатних для використання як розклинювальних агентів. Наприклад, у виданому на ім'я Lunghofer патенті США № 5120455, у виданих на ім'я Fitzgibbon патентах США № 4427068 і 4879181, і патентах, на які даються посилання у вказаних патентах, ідентифіковані різні розклинювальні агенти і матеріали для розклинювальних агентів, і вони включені в даний опис за допомогою посилання. Самі матеріали для розклинювальних агентів в даному описі позначаються як "керамічні композиції", на відміну від індикатора, який в них входить.

Вважають, що розклинювальний агент, який містить мітку, за даним винаходом може бути отриманий будь-якими способами приготування гранул або таблеток, які використовуються для отримання розклинювальних агентів, і способами приготування гранул або таблеток з метою агломерації порошку з утворенням розклинювального агента у вигляді гранул або таблеток, однак відповідно до даного винаходу, порошок являє собою суміш керамічної композиції і індикатора, як наведено далі, а отримана частинка, гранула або таблетка має відповідний розмір, форму, міцність або щільність, які добре відомі для придатних до використання розклинювальних агентів. Так, наприклад, розклинювальний агент, який містить мітку, може бути виготовлений безперервною атомізацією шляхом розбризкування, псевдозрідженням шляхом розбризкування, сушіння розбризкуванням або пресуванням. Прикладом способу пресування є спосіб, який застосовують для отримання розклинювальних агентів, що містять мітку, і який описаний в патенті США № 4879181 для приготування розклинювальних агентів, що не містять мітку, за винятком того, що, як згадано вище, як вихідні сполуки в керамічній композиції, крім обпаленої глини, оксиду алюмінію, бокситу і їх сумішей, можуть бути використані альтернативні керамічні композиції, а не радіоактивний, виявлюваний індикатор змішують з вихідними керамічними інгредіє-

нтами, отриману суміш перемелюють, гомогенізують і готують з неї гранули шляхом пресування.

Індикатор може являти собою будь-яку нерадіоактивну сполуку, яка може бути виявлена в розклинювальному агенті, зокрема, може бути виявлена за допомогою методів, що дозволяють визначити хімічний склад зразків. Наприклад, індикатор може являти собою речовину, яку можна виявити методом індуктивно зв'язаної плазми, рентгенівською флуоресценції або рентгенівського випромінювання при збудженні протонами. Проте, можуть бути використані інші методи, які дозволяють визначити присутність індикатора, наприклад, хімічний аналіз. Методи виявлення конкретних речовин з використанням вказаних способів добре відомі. Так, патент США № 6691780 описує спосіб виявлення присутності розклинювального агента, що містить мітку, за допомогою методу індуктивно зв'язаної плазми. Незважаючи на те, що розклинювальний агент в патенті США № 6691780 помічений за допомогою смоляного покриття, яке містить індикатор, методика виявлення за допомогою методу індуктивно зв'язаної плазми, наведена у вказаному патенті, придатна і для розклинювальних агентів, що містять мітку, за даним винаходом. Відповідно до способу за патентом США № 6691780 зразок водного розчину розпилюють всередині спектрофотометра індуктивно зв'язаної плазми, і отриманий аерозоль спрямовують до пальника аргонної плазми, розміщений всередині спектрофотометра. Спектрофотометр вимірює інтенсивність специфічних для даного елемента смуг випромінювання, які утворюються, коли компоненти розчину потрапляють у високотемпературну плазму. Вбудований у спектрофотометр комп'ютер використовує стандартну калібрувальну криву для перетворення вимірюваної інтенсивності в концентрації елементів. Спектрофотометри, які використовують в методі індуктивно зв'язаної плазми, звичайно комерційно доступні від компанії Thermo ARL, яка є підрозділом фірми Thermo Electron Corporation, від компанії Agilent Technologies і ряду інших компаній.

Як пояснюється нижче, можуть також використовуватися інші способи виявлення, а також інші індикатори, такі як індикатори, наведені в патенті США № 6691780, за умовою, що детектування не залежить від того, входить індикатор до складу зовнішнього покриття або до складу кераміки.

Речовина, що застосовується як індикатор, переважно не є такою сполукою, яка будь-яким іншим чином міститься в керамічній композиції або щонайменше присутня в композиції в концентрації не більш ніж 1000 вагових частин на мільйон. Бажано уникати отримання помилкових вимірювань концентрації, які виникають під впливом речовини, що міститься в керамічній композиції, а у випадку багатозонних пластів уникати отримання помилкових вимірювань концентрації, які виникають внаслідок присутності речовини з розклинювальних агентів, зворотний потік яких надходить з інших зон. У загальному випадку вважають, що індикатор може бути будь-якою речовиною, зокрема, твердою речовиною, яка може бути виявлена хімічним аналізом з такою концентрацією в розклинювальному агенті (особливо в тому випадку, коли роз-

клинювальний агент присутній в зразку, що аналізується в мінімальній концентрації, при якій розклинювальний агент повинен бути виявлений), яка не приводить до деградації таких фізичних властивостей розклинювального агента, як щільність, міцність і питома провідність.

Беручи до уваги подібні обставини, було показано, що керамічні форми деяких металів найбільш придатні як речовини-індикатори. Приклади металів, яким віддається перевага, містять лантанидний ряд рідкісноземельних металів, стронцій, барій, галій, германій і їх поєднання, зокрема, лантан, церій, стронцій, барій, галій, германій, тантал, цирконій, ванадій, хром, марганець і їх поєднання, особливо, лантан, церій і їх поєднання. Хоча метали можуть використовуватися в елементарній формі, деякі метали в металевій формі небезпечні, і автори вважають, що в загальному випадку будуть використовуватися сполуки, що містять метали, такі як керамічні форми (оксиди, гідроксиди і карбонати). Таким чином, посилення в даному описі на самі метали необхідно розуміти в їх широкому значенні, і вони містять молекулярні, іонні і мінеральні форми металів. Звичайно, для застосування у випадку багатьох зон, коли бажано виділити зони, з яких виникає зворотний потік розклинювального агента, бажано, щоб індикатори були не тільки виявлюваними, але і здатними бути виявленими таким чином, щоб їх можна було виділити з інших індикаторів, які застосовують для інших зон.

Більш того, для використання в підземних пластах, в яких кількість зон в пласті перевищує кількість різних індикаторів, що є в наявності, найбільш придатні комбінації різних типів індикаторів. У подібних ситуаціях декілька різних типів індикаторів можна об'єднати, з метою отримання конкретного індикатора, того, що визначається вказаною комбінацією. Для ілюстрації, якщо в наявності є шістнадцять різних типів індикаторів, то чотири типи індикаторів можна визначити, скажемо, як A-D, в той час як дванадцять, що залишилися можна визначити, скажемо, як 1-12. Групувати попарно типи індикаторів, можна використати сорок вісім різних індикаторів в формі комбінацій індикаторів A1, A2, ..., B1, B2 і т. д., з метою розділити сорок вісім різних зон. Очевидно, що, комбінуючи типи індикаторів будь-як інакше, можна провести розділення між багатьма різними зонами, використовуючи обмежену кількість типів індикаторів.

Щоб уникнути плутанини, яка може виникнути при змішуванні індикаторів, можна використати певні методики. Так, якщо зворотний потік містить індикатори, A1, A2, B1 і B2, тоді, на основі виявлених індикаторів типу A, B, 1 і 2 важко визначити, яка кількість індикатора типу A надійшло з зони, пов'язаної з A1, а яка кількість його пов'язана з зоною A2. Присутність додаткової кількості індикаторів типу 1 і 2 з індикаторів B1 і B2 може перешкодити або ускладнити можливість провести розділення між A1 і A2 на основі кількості виявлених індикаторів типу 1 і 2. Проте, комбінації індикаторів можуть вводитися в абсолютно різні зони, змішування зворотних потоків з яких мало ймовірно, що дозволяє уникнути подібних перекривань.

Кількість індикатора, яку бажано змішати з певною композицією, залежить від різних обставин. Проте, концентрація індикатора в розклинювальному агенті повинна бути достатньою для того, щоб його присутність в зворотному потоку можна було би виявити за допомогою вибраного методу детектування в тому випадку, коли кількість розклинювального агента в зворотному потоку знаходиться на такому рівні, за яким потрібно визначити його присутність. Необхідно також, щоб концентрація індикатора в розклинювальному агенті не істотно перевищувала цей рівень, оскільки використання більшої кількості індикатора може привести до зростання вартості, а в деяких випадках може привести до деградації необхідних властивостей розклинювального агента. У загальному випадку для зручності виявлення з використанням звичайних способів детектування необхідні концентрації індикатора, що становлять щонайменше 0,03% мас., однак було показано, що в деяких ситуаціях концентрації індикатора, що перевищують 0,15% мас. і, зокрема, ті, що перевищують 0,2% мас., значно змінюють температуру прожарювання і навіть можуть привести до деградації властивостей легких розклинювальних агентів. Таким чином, в загальному випадку було показано, що найбільш придатні концентрації індикатора, що складають від приблизно 0,005 до приблизно 0,5, переважно, від приблизно 0,01 до приблизно 0,3, більш переважно, від приблизно 0,03 до приблизно 0,2 і, ще більш переважно, від приблизно 0,03 до 0,15% мас., такі як від приблизно 0,05 до приблизно 0,15, як правило, приблизно 0,13% мас. по відношенню до маси керамічної композиції. У тих випадках, коли застосовують комбінації індикаторів, то кожний їх тип повинен мати концентрацію, достатню для того, щоб можна було його визначити на тому рівні, на якому необхідно виявити розклинювальний агент. У загальному випадку, в подібних ситуаціях, кожний тип розклинювального агента повинен бути присутнім в концентрації, що складає щонайменше приблизно 0,005%, переважно щонайменше приблизно 0,01%, більш переважно щонайменше приблизно 0,03% мас. по відношенню до маси керамічної композиції. Однак в будь-якому випадку мінімальна концентрація залежить від чутливості методу хімічного аналізу, і у разі використання деяких аналітичних способів можуть застосовуватися концентрації нижче за 0,01%. Наприклад, повідомляють, що нейтронний активаційний аналіз здатний забезпечити межі виявлення 1-5 частин на мільйон (або 0,0001-0,0005% мас.) для La_2O_3 і CeO_2 , що дозволяє провести виявлення (а також визначити рівні концентрації) на рівні 0,001% мас.

Як наведено вище, розклинювальний агент, який містить мітку, може бути отриманий, як описаний в патенті США № 4879181 для розклинювальних агентів, що не містять мітку, за винятком того, що в даному винаході індикатор є складовою частиною початкових інгредієнтів розклинювального агента. Таким чином, передбачається, що розклинювальні агенти, що містять мітку, за даним винаходом звичайно отримують шляхом агломерації гранул керамічних речовин і гранул не радіоактивної, здатної бути виявленою речовини, з ме-

тою отримання частинки або шляхом пресування, або будь-якими іншими способами агломерації. Наприклад, суміш дрібних гранул керамічної композиції і індикатора можна спресувати спільно з утворенням частинок розклинювального агента. Таким чином, якщо коротко, то розклинювальний агент, який містить мітку, може бути отриманий наступним способом.

Вихідні речовини для керамічної композиції (такі як обпалена глина і оксид алюмінію, боксит або їх суміші або інші інгредієнти, розглянуті вище як прийнятні речовини для розклинювального агента) можна додавати у високо ефективний змішувач, такий як кульовий млин, в певному співвідношенні з індикатором із вказаною вище концентрацією. Додатки, що використовуються в суміші, можуть бути подрібнені на дрібний порошок, який потім змішують до отримання сухої однорідної порошкоподібної суміші. Наприклад, порошок можна перемішувати в перемішувачу пристрої або змішувачі, що постачається компанією Eirich Machines, Inc., відомою як Eirich Mixer. Аналогічне змішувальне обладнання доступне від інших виробників. Під час змішування може бути додана достатня кількість води, щоб із суміші керамічного порошку отримати композит у вигляді сферичних гранул. Отримані гранули можна висушити, а потім гранули випалити при температурі спікання протягом часу, достатнього для формування спечених сферичних гранул, уявна питома вага яких складає, наприклад, від 2,70 до 3,60, а об'ємна густина складає, наприклад, від приблизно 1,0 до 2,0 грамів на кубічний сантиметр. Конкретний час, що застосовується, і температура, звичайно, залежать від вихідних інгредієнтів, і їх визначають емпірично за результатами фізичних випробувань гранул після випалення. Отримані в результаті гранули можна просіяти і отримати розклинювальні агенти з розмірами частинок в діапазоні, наприклад, від приблизно 40 меш до приблизно 20 меш, від приблизно 16 меш до приблизно 20 меш, від приблизно 30 меш до приблизно 50 меш, від приблизно 30 меш до приблизно 60 меш, від приблизно 16 меш до приблизно 30 меш. Конкретні деталі вказаного процесу обговорюються в патенті США № 4879181.

Аналогічно можуть бути модифіковані інші відомі способи отримання розклинювальних агентів для приготування розклинювальних агентів, що містять мітку, які є об'єктом даного винаходу. Так, наприклад, автори даного винаходу вважають, що альтернативні способи отримання можуть бути аналогічні модифікованим способам, наведеним в патенті США 4440866, і способам, на які даються посилання в патенті США № 5120455. Вказані патенти, включаючи патенти, на які даються посилання в патенті США № 5120455, включені в даний опис за допомогою посилання.

Таким чином, отриманий розклинювальний агент, який містить мітку, включає не радіоактивний виявлюваний індикатор, який щонайменше частково входить в керамічну композицію. Розклинювальний агент, який містить мітку, може бути отриманий з суміші порошкоподібної керамічної композиції і порошкоподібного індикатора і, таким чином, являє собою не роздільне покриття, що

містить індикатор, на керамічній частинці, що не містить індикатор, а суміш - агломерат керамічної композиції і індикатора. Насправді щонайменше деяка кількість індикатора щонайменше частково - а може бути і повністю оточена - керамічною композицією. Таким чином, індикатор не має тенденції до стирання з розклинювального агента. Несподівано було виявлено, що внесення мітки в розклинювальні агенти за способом даного винаходу не приводить до зменшення міцності, густини і питомої провідності розклинювального агента. Більш того, оскільки індикатор, що знаходиться в частинках розклинювального агента, контактує вказаним шляхом з керамічною композицією і фактично безпосередньо поєднується з керамічною композицією, то його не треба наносити на частинки у вигляді смоляного покриття, що містить індикатор. Незважаючи на те, що композиція розклинювального агента може практично не містити або зовсім не містити смоли, її, у разі необхідності, можна частково або ж повністю закривати покривною речовиною, такою як смола, при цьому покриття може практично не містити або ж зовсім не містити індикатор. Як наведено вище, індикатор може містити декілька різних типів індикаторів, у загальному випадку, декілька різних типів металовмісних індикаторів.

Розклинювальний агент, який містить мітку, за даним винаходом може застосовуватися замість відомих з галузі техніки розклинювальних агентів і, зокрема, замість відомих з галузі техніки композицій, що містять мітку, з метою виявлення, де і скільки розклинювального агента витікає назад з декількох зон всередині підземного пласта. Насправді те, що розклинювальні агенти, що містять мітку, за даним винаходом не радіоактивні, є міцними, можуть не мати полімерне покриття і таке інше, дозволяє використати подібні розклинювальні агенти в тих ситуаціях, коли не можна або не практично застосовувати звичайні розклинювальні агенти. Більш того, у випадку декількох зон за допомогою розклинювальних агентів, що містять мітку, за даним винаходом, можна встановити, яка зона або зони пов'язані із зворотним потоком.

Якщо коротко, то підземний пласт, що має декілька зон, може бути оброблений і простежити зворотний потік із зон(и) шляхом введення в стовбур свердловини, яка досягає пласта, який містить мітку розклинювального агента, наприклад, у вигляді рідини, що застосовується для розриву пласта, для того, щоб розірвати свердловину за стандартною методикою, замінивши звичайні розклинювальні агенти (що містять або що не містять мітку) на розклинювальні агенти, що містять мітку, за даним винаходом. У випадку пласта, що має декілька зон, можна застосовувати декілька розклинювальних агентів, що містять мітку, при цьому кожний тип розклинювального агента позначають за допомогою індикатора, який можна відрізнити від індикаторів, що застосовуються для інших типів розклинювальних агентів, що містять мітку, і можна направити кожний тип розклинювальних агентів в різні зони. Як показано вище, декілька індикаторів може являти собою декілька комбінацій різних типів індикаторів. Зворотний потік з

однієї або декількох зон може бути проаналізований, наприклад, шляхом відбору щонайменше частини зворотного потоку, і розклинювальні агенти (і зони), пов'язані зі зворотним потоком, ідентифікують шляхом виявлення індикатора(ів), що містяться(ються) в них.

Наступні приклади описують переважні варіанти здійснення даного винаходу. Інші варіанти здійснення даного винаходу, відповідні до об'єму наведеної формули винаходу, стануть зрозумілі фахівцям після розгляду опису і наведених тут практичних прикладів здійснення винаходу. Передбачається, що опис разом з прикладами потрібно розглядати лише як пояснення, а об'єм і суть даного винаходу визначаються формулою винаходу, яка наведена після прикладів. Наведені в прикладах проценти дані в масових процентах.

Приклад 1

Проводять випробування для визначення, чи здатні низькі рівні індикаторів, що додаються до розклинювального агента на основі бокситів, привести до зміни кінцевих фізичних властивостей, необхідних для високоміцного розклинювального агента. Проводять лабораторне вивчення двох типів маркерів (оксид лантану і оксид церію). У лабораторії готують порції розклинювального агента, що не містить мітку, в які додають або не додають маркер. Проведені потім дослідження об'ємної густини, уявної питомої ваги, руйнівності при тиску 15 тисяч фунтів на квадратний дюйм (103,5 МПа) і питомої провідності отриманих зразків показують відсутність деградації фізичних властивостей для порцій, що містять кожний з двох маркерів, що порівнюються, в порівнянні з порцією, що не містить добавку маркера.

Приклад 2

Оскільки отриманий в лабораторних умовах розклинювальний агент може володіти поліпшеними властивостями завдяки підвищеному конт-

ролю над процесом, який можливий в лабораторних умовах з використанням високо прецизійного обладнання, контрольні порції розклинювального агента за наведеним вище Прикладом 1, що не містять добавок будь-якого індикатора, виготовляють разом з порціями, в які доданий індикатор, з тим, щоб можна було провести безпосереднє порівняння властивостей розклинювального агента.

Одну порцію вихідної речовини на основі бокситу подрібнюють в лабораторії без добавок яких-небудь індикаторів. Додаткові порції змішують з індикатором, а потім мелють в лабораторних умовах і отримують гомогенну суміш. З кожної порції готують гранули і сплавляють їх в лабораторній випалювальній печі. Кожну партію спечених гранул сортують з використанням наступного набору сит:

Одиниці меш США	Утримуваний %
+ 6	0
-16 +20	3,6
-20 +25	34,7
-25 +30	47,0
-30 +35	14,0
-35 +40	0,7
-40 +50	0
-50	0

Дослідження густини, міцності і питомої провідності проводять для кожної порції відповідно до методики API. Питому вагу вимірюють за допомогою гелієвого пікнометра фірми Micromeritics.

У наступній таблиці наведені значення густини і опору руйнуванню для розклинювального агента з індикатором А (оксид лантану) для двох різних випробувань з рівнем концентрації 0,03% і для розклинювального агента з індикатором В (оксид церію) з рівнем концентрації 0,03%.

	Контрольна партія	Індикатор А	Індикатор А	Індикатор В
		0,03%	0,03%	0,03%
Питома вага	3,64	3,65	3,64	3,65
Об'ємна густина (г/куб.см)	1,99	2,02	2,02	1,99
A.S.G.	3,65	3,67	3,68	3,67
Руйнівність@ 15 тис.фунтів на кв.дюйм (103 МПа) (%)	2,4	2,9	2,2	3,0

Питома провідність для всіх чотирьох порцій розклинювального агента подана на Фіг. Густина і значення опору руйнуванню, а також значення питомої провідності лежать в межах помилки експерименту для кожного тесту і в результаті показують, що не спостерігається деградація властивостей розклинювального агента в тому випадку, коли або індикатор А, або індикатор В доданий в концентрації 0,03%.

Приклад 3

Зразки направляють в дві сторонні лабораторії для проведення аналізів методом рентгенівської флуоресценції (МРФ) і індуктивно зв'язаної плазми (ІЗП). У кожну лабораторію направляють надмірну кількість зразків, при цьому всі зразки ідентифікують лише за допомогою загального послідовного ідентифікаційного номера (для МРФ 001...015 і для

ІЗП 001...010). Методами МРФ і ІЗП на контрольних порціях вимірюють фонові концентрації (в % мас.) індикаторів А і В, як описано вище в Прикладі 2. Аналізи МРФ і ІЗП порцій з індикаторами А і В дозволяють визначити загальну концентрацію (в % мас.) індикаторів А і В.

Для порцій, що містять мітку, з індикаторами А і В, доданими на рівні 0,03% мас., за допомогою метода МРФ отримані наступні підсумкові дані за хімічним складом:

Фонова концентрація індикатора А в зразках шести контрольних порцій: 0,00%±0,01

Загальна виміряна концентрація індикатора А в зразках п'яти порцій, що містять мітку: 0,02%±0,01

Фонова концентрація індикатора В в зразках шести контрольних порцій: 0,01%±0,01

Загальна виміряна концентрація індикатора В в зразках трьох порцій, що містять мітку: $0,04\% \pm 0,01$

Для порцій, що містять мітку, з індикаторами А і В, доданими на рівні $0,03\%$ мас., за допомогою метода ІЗП отримані наступні підсумкові дані за хімічним складом:

Фонова концентрація індикатора А в зразках чотирьох контрольних порцій: $0,003\% \pm 0,001$

Загальна виміряна концентрація індикатора А в зразках чотирьох порцій, що містять мітку: $0,032\% \pm 0,001$

Фонова концентрація індикатора В в зразках чотирьох контрольних порцій: $0,030\% \pm 0,010$

Загальна виміряна концентрація індикатора В в зразках двох порцій, що містять мітку: $0,051\% \pm 0,001$

Як аналіз за допомогою метода МРФ, так і аналіз за допомогою метода ІЗП дозволяє виявити присутність індикаторів щонайменше на рівні $0,01\%$.

Всі наведені в даному описі посилання, включаючи, без обмеження, всі журнальні статті, брошури, підручники, періодичні видання, оригінали текстів, рукописи, публікації на сайтах в Інтернеті і всі будь-які інші публікації додані до даного опису за допомогою посилання. Обговорення посилань в даному описі наведене лише для того, щоб підсумовувати домагання інших авторів, і не треба розуміти, що будь-яке посилання складає рівень техніки. Автори даного винаходу залишають за собою право змінити точність і доцільність наведених посилань.

У зв'язку з вищевикладеним, стає очевидним, що винахід надає декілька переваг, а, крім того, можуть бути отримані і інші корисні результати.

Можуть бути внесені різні зміни в наведені вище способи і композиції, які входять до об'єму даного винаходу, і необхідно врахувати, що всі питання, що обговорюються в наведеному вище описі і супроводжуваних його малюнках потрібно інтерпретувати лише як ілюстративні і такі, що не обмежують даний винахід.

Приклад 4

Кожний з декількох подрібнених зразків бокситу Comalco Bauxite або не змішують (контрольний зразок), або змішують з добавкою конкретного

рідкісноземельного елемента або з іншою керамічною добавкою, яка не входить до складу бокситу в помітних кількостях, протягом десяти хвилин на змішувачі Lab Eirich. Отримані суміші потім мелють на струминному вихровому млині для того, щоб зменшити частинки до розміру порошку і ретельно перемісити компоненти. З порошоків готують неспечені гранули і просівають їх через сита в діапазоні від -16 до $+40$. Два зразки, отримані з кожної суміші, відправляють в лабораторію для аналізу за допомогою метода індуктивно зв'язаної плазми. Для інших неспечених гранул по три лодочки кожної з сумішей просівають через сита в діапазоні від -16 до $+40$, нагрівають до пікової температури (близько 1500°C) з швидкістю $960^{\circ}\text{C}/\text{год}$ і витримують за цією температурою протягом приблизно тридцяти хвилин.

ІЗП аналіз показує, що присутність маркувальної речовини може бути виявлена для концентрації, що перевищує концентрацію, яка властива даному зразку (тобто фоновому рівню маркувальної речовини в розклинювальному агенті, що не оброблявся, який представлений контрольним зразком). У наведеній нижче таблиці перше число в стовпці, який має назву "Фоновий рівень композиції маркувальної речовини", являє собою концентрацію (в % мас.) маркувальної речовини, яка виміряна для контрольних зразків, що не були оброблені в формі необпалених гранул, а друге число приведені для зразків в формі дуже дрібного порошку. Перше число в стовпці, який має назву "Вимірний рівень маркувальної речовини", являє собою концентрацію (в % мас.) маркувальної композиції, яка виміряна в зразках розклинювального агента, в який додана маркувальна речовина, в формі необпалених гранул, а друге число наведене для зразків в формі дуже дрібного порошку. Стовпець, який має назву "Різниця", являє собою різницю між середньою концентрацією маркувальної речовини, яка виміряна для композиції маркувальної речовини, і середньою фоновую концентрацією композиції маркувальної речовини, яка виміряна для контрольних зразків. В кожний розклинювальний агент, який містить мітку, додають $0,1\%$ маркуючих речовини, за винятком ZrSiO_4 , у разі застосування якого додають $0,25\%$.

Маркувальна речовина	Фоновий рівень композиції маркувальної речовини	Вимірний рівень маркувальної речовини	Різниця
ZrSiO_4	0,18, 0,20	0,36, 0,36	0,15
ZnO	0,001, 0,001	0,092, 0,091	0,085
$\text{SrO}(\text{CO}_2)$	0,002, 0,002	0,10, 0,11	0,10
Nd_2O_5	0,002, 0,002	0,12, 0,11	0,11
Pr_6O_{11}	0,002, 0,002	0,10, 0,099	0,98
MnO	0,015, 0,018	0,10, 0,097	0,083
CuO	0,002, 0,001	0,10, 0,098	0,097
Cr_2O_3	0,002, 0,042	0,15, 0,15	0,12
NiO	0,001, 0,001	0,95, 0,10	0,096
V_2O_5	0,014, 0,009	0,12, 0,13	0,12
Co_3O_4	0,004, 0,003	0,13, 0,14	0,13
Sb_2O_3	0,002, 0,002	0,086, 0,092	0,087

Аналогічні тести проводять для інших зразків шляхом зіставлення % доданого La_2O_3 з результа-

17

тами вимірювань % La_2O_3 , в порівнянні з контрольними зразками, в які La_2O_3 не додавали; результати наведені нижче:

Доданий % La_2O_3	Вимірний % La_2O_3	
	В контрольному зразку	В розклинювальному агенті, що містить мітку
0,15	0,004	0,11
0,15	0,004	0,12
0,03	менше 0,005	0,02
0,15	менше 0,005	0,018
0,03	-	0,017
0,15	-	0,018
0,03	менше 0,005	0,02
0,15	менше 0,005	0,018
0,15	-	0,024
0,15	-	0,024
0,15	-	0,11
0,15	-	0,10

Тести повторюють для CeO_2 і одержують наступні результати:

Доданий % CeO_2	Вимірний % CeO_2	
	В контрольному зразку	В розклинювальному агенті, що містить мітку
0,03	0,010	0,041
0,03	0,019	0,039
0,03	-	0,041
0,15	-	0,13
0,03	-	0,12

Подальші тести проводять, використовуючи метод рентгенівської флуоресценції (МРФ), і одержують наступні виміряні концентрації La_2O_3 для випадку відсутності домішки і для випадку додання 0,03% і 0,15% La_2O_3 і CeO_2 . La_2O_3 :

Контрольний зразок	Додано 0,03% La_2O_3	Додано 0,15% La_2O_3
менше 0,005	0,020	0,11
менше 0,005	0,018	0,10
менше 0,005	0,017	

92718

18

менше 0,005 0,018
 менше 0,005 0,020
 менше 0,005 0,018
 менше 0,005 0,024
 менше 0,005 0,024

CeO_2 :

Контрольний зразок	Додано 0,03% CeO_2	Додано 0,15% CeO_2
0,008	0,010	0,13
0,008	0,039	0,12
0,011	0,041	

Подальші тести проводять, використовуючи метод ІЗП, і отримують наступні виміряні концентрації La_2O_3 для випадку відсутності домішки і для випадку додання 0,03% і 0,15% La_2O_3 і CeO_2 .

La_2O_3 :

Контрольний зразок	Додано 0,03% La_2O_3	Додано 0,15% La_2O_3
0,003	0,032	0,14
0,003	0,032	0,14
0,003	0,032	
0,003	0,027	
0,003	0,030	

CeO_2 :

Контрольний зразок	Додано 0,03% CeO_2	Додано 0,15% CeO_2
0,028	0,051	0,16
0,030	0,050	0,16

Отримані гранули аналізують також, вимірюючи об'ємну густину за тестом, приведеному в стандарті Американського національного інституту стандартів, уявна питома вага за тестом, приведеному в стандарті Американського нафтового інституту, питома вага за методом гелієвого пікнометра і опір руйнуванню при тиску 15 тис. фунтів на квадратний дюйм (103 МПа) за тестом, приведеним в стандарті Американського нафтового інституту. Отримують наступні результати, де виміряну кількість маркувальної речовини визначають методом ІЗП:

			Питома вага		Короткострокова провідність						Виміряна концентрація маркувальної речовини	
Додана мітка	Об'ємна густина (гм/куб. см)	Зруйнований (%)	Уявний	Дійсний	2 тис. фунтів на кв.дюйм (13,8 МПа)	4 тис. фунтів на кв.дюйм (27,6 МПа)	6 тис. фунтів на кв.дюйм (41,4 МПа)	8 тис. фунтів на кв.дюйм (55,2 МПа)	10 тис. фунтів на кв.дюйм (69 МПа)	12 тис. фунтів на кв.дюйм (82,8 МПа)	В контрольному зразку	В розклинювальному агенті, що містить мітку
контрольний зразок	1,99	2,4	3,65	3,6422	9,26	7,93	7,05	6,25	5,58	4,96	N/A	N/A
0,03% CeO ₃	1,99	3,0	3,67	3,653	9,53	7,78	6,84	6,15	5,25	4,88	0,026	0,0505
0,15% CeO ₃	2,01	3,42	3,60	3,6564	9,17	8,04	7,22	6,10	5,33	4,75		
0,15% CeO ₃	2,01	3,82	3,60	3,6564								
0,15% CeO ₃	2,01	4,22	3,61	3,6667								
0,15% CeO ₃	2,04	5,16	3,64	3,6581								
0,15% CeO ₃	2,04	2,18	3,63	3,6667	10,74	9,07	7,74	6,92	6,30	5,47	0,026	0,160
0,15% CeO ₃	2,02	4,35	3,64	3,6453								
0,15% CeO ₃	2,02	3,61	3,61	3,6352								
0,03% La ₂ O ₃	2,02	2,9	3,67	3,6488	9,91	8,61	7,43	6,67	6,10	5,31	0,003	0,031
0,15% La ₂ O ₃	2,05	2,96	3,60	3,6638	8,77	6,83	5,91	5,45	4,82	4,38		

[illegible]

			Питома вага		Короткострокова провідність						Виміряна концентрація маркувальної речовини	
Додана мітка	Об'ємна густина (гм/куб. см)	Зруйнований (%)	Уявний	Дійсний	2 тис. фунтів на кв.дюйм (13,8 МПа)	4 тис. фунтів на кв.дюйм (27,6 МПа)	6 тис. фунтів на кв.дюйм (41,4 МПа)	8 тис. фунтів на кв.дюйм (55,2 МПа)	10 тис. фунтів на кв.дюйм (69 МПа)	12 тис. фунтів на кв.дюйм (82,8 МПа)	В контрольному зразку	В розклинювальному агенті, що містить мітку
0,25% ZrSiO ₄	2,04	4,17	3,65	3,6619								
0,25% ZrSiO ₄	2,02	3,61	3,67	3,6587	9,40	8,08	7,38	6,54	5,74	5,24	0,21	0,36
0,25% ZrSiO ₄	2,02	3,81	3,64	3,6551								
0,10% SrO (CO ₂)	2,05	2,96	3,65	3,6488	8,61	7,30	6,64	5,90	5,40	4,68	0,002	0,105
0,10% SrO(CO ₂)	2,02	3,41	3,61	3,6471								
0,10% Nd ₂ O ₃	2,01	3,82	3,63	3,6689	9,08	7,73	6,67	5,94	5,13	4,59	0,002	0,115
0,10% Nd ₂ O ₃	2,02	4,0	3,65	3,6639								

			Питома вага		Короткострокова провідність						Виміряна концентрація маркувальної речовини	
Додана мітка	Об'ємна густина (гм/куб. см)	Зруйнований (%)	Уявний	Дійсний	2 тис. фунтів на кв.дюйм (13,8 МПа)	4 тис. фунтів на кв.дюйм (27,6 МПа)	6 тис. фунтів на кв.дюйм (41,4 МПа)	8 тис. фунтів на кв.дюйм (55,2 МПа)	10 тис. фунтів на кв.дюйм (69 МПа)	12 тис. фунтів на кв.дюйм (82,8 МПа)	В контрольному зразку	В розклинювальному агенті, що містить мітку
0,10% Pr ₆ O ₁₁	2,04	3,17	3,65	3,6591	8,78	7,72	6,82	6,04	5,48	4,64	0,002	0,100
0,10% Pr ₆ O ₁₁	2,03	3,59	3,64	3,6577								
0,10% MnO ₃	2,04	2,40	3,64	3,6534								
0,10% MnO ₃	2,03	2,19	3,64	3,6458	9,46	8,21	7,31	6,48	5,81	5,41	0,016	0,099
0,10% Red CuO ₂	2,03	1,99	3,64	3,6644	9,65	8,72	7,58	6,85	6,35	5,67	0,002	0,099
0,10% Red CuO ₂	2,04	2,38	3,64	3,6574								
0,10% Cr ₂ O ₃	2,06	2,95	3,65	3,6623	9,28	7,97	7,26	6,54	5,86	5,34	0,034	0,15
0,10% Cr ₂ O ₃	2,05	2,96	3,63	3,6643								
0,10% Cr ₂ O ₃	2,03	3,78	3,63	3,653								
контроль-	1,96	3,63	3,59	3,6047	9,33	8,14	7,29	6,49	5,68	5,07	N/A	N/A

23

92718

24

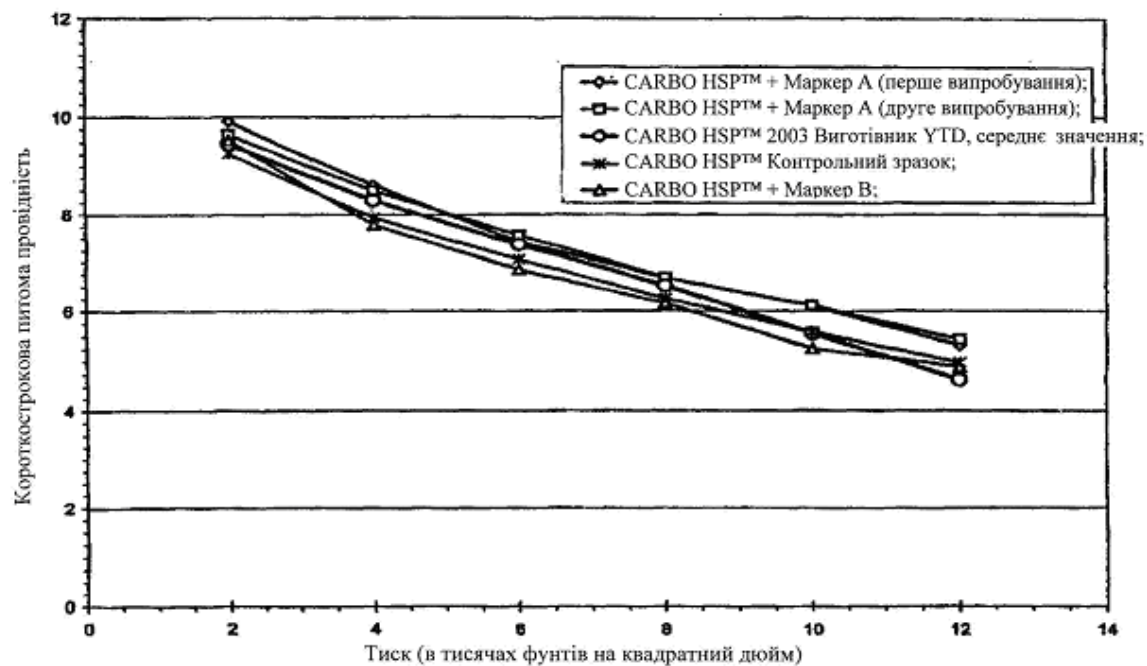
ний зразок												
контроль- ний зразок	1,95	3,94	3,56	3,5946								
0,10% Ni ₂ O ₃	2,02	1,60	3,64	3,6522	10,26	8,64	7,57	7,04	6,05	5,48	0,002	0,096
0,10% Ni ₂ O ₃	2,02	3,60	3,60	3,6487								
0,10% Ni ₂ O ₃	2,01	2,21	3,56	3,6440								
0,10% V ₂ O ₅	2,00	2,73	3,64	3,6474								
0,10% V ₂ O ₅	1,99	2,77	3,61	3,636								
0,10% V ₂ O ₅	1,99	2,42	3,60	3,6315	8,85	7,70	6,85	6,06	5,44	4,76	0,009	0,116
0,10% Co ₂ O ₃	2,06	2,55	3,59	3,6548								
0,10% Co ₂ O ₃	2,04	2,42	3,61	3,6436								Co ₃ O ₄
0,10% Co ₂ O ₃	2,03	2,06	3,57	3,6402	9,78	8,26	7,55	6,73	6,13	5,36	0,004	0,131
0,10% Sb ₂ O ₃	2,02	3	3,65	3,6503	9,11	7,67	6,95	6,26	5,69	5,10	0,002	0,087
0,10% Sb ₂ O ₃	1,98	3,1	3,56	3,6325								
0,10% Sb ₂ O ₃	1,98	3,67	3,56	3,6325								

Приклад 5

Спосіб за Прикладом 4 повторюють, але замість гранул на основі бокситу використовують

гранули на основі каоліну. Отримані наступні результати:

Додана мітка	Об'ємна густина (гм/куб. см)	Зруйнований (%)	Питома вага		Короткострокова провідність						Виміряна концентрація маркувальної речовини	
			Уявний	Додана мітка	Об'ємна густина (гм/куб. см)	Зруйнований (%)	Уявний	Додана мітка	Об'ємна густина (гм/куб. см)	Зруйнований (%)	Уявний	Додана мітка
контрольний зразок	1,53	7,90	2,75	2,7649								
контрольний зразок	1,56	5,70	2,79	2,7899	8,71	7,04	5,61	4,17	3,01	2,12	0,004	N/A
контрольний зразок	1,55	7,83	2,80	2,7868								
0,15% La ₂ O ₃	1,54	8,92	2,77	2,7794								
0,15% La ₂ O ₃	1,57	6,96	2,78	2,7807	9,65	7,95	6,29	4,48	3,26	2,22	0,004	0,115
0,15% La ₂ O ₃	1,55	7,45	2,78	2,7842								
0,15% La ₂ O ₃	1,55	10,23	2,79	2,7704								



В описі до патенту на винахід графічні зображення та текст подаються в редакції заявника

Комп'ютерна верстка О. Гапоненко

Підписне

Тираж 26 прим.

Міністерство освіти і науки України

Державний департамент інтелектуальної власності, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601