

Kraków, 18.10.2019 r.

Prof. zw. dr hab. inż. Wojciech Górecki
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
30-059 Kraków, Al. Mickiewicza 30

**Ocena rozprawy doktorskiej mgr inż. Klaudii Wilk, zatytułowanej:
„Ocena oddziaływania energetyzowanych płynów szczelinujących na skały zbiornikowe złóż
węglowodorów”**

Podstawa formalna opracowania recenzji

Recenzję opracowano w oparciu o pismo dziekana Wydziału Chemicznego Politechniki Śląskiej (L.dz. RCHO/2218/2018/2019 z dn. 7.08.2019 r.) powierzającego na podstawie Uchwały Rady Wydziału Chemicznego opracowanie recenzji przedmiotowej rozprawy doktorskiej.

Ogólna charakterystyka rozprawy

Praca doktorska była realizowana w Instytucie Nafty i Gazu – Państwowym Instytucie Badawczym, częściowo w ramach projektu Polsko-Norweskiego pt: ”Projektowanie, wpływ na środowisko i skuteczność energetyzowanych cieczy do szczelinowania skał zbiornikowych ropy i gazu Europy Środkowej” (Umowa nr: Pol-Nor/196923/49/2013). Praca doktorska Pani mgr inż. Klaudii Wilk jest pracą interdyscyplinarną.

Wykorzystanie techniki szczelinowania hydraulicznego jest niezbędne do rozpoczęcia eksploatacji złóż węglowodorów ze skał złożowych o bardzo małym współczynniku przepuszczalności. Szczelinowanie hydrauliczne polega na kontrolowanym wytwarzaniu szczelin w skałach zbiornikowych dla węglowodorów, za pomocą wtłaczania do odwiertu znacznych ilości odpowiedniej cieczy, pod wysokim ciśnieniem. W przypadku, gdy użyte płyny szczelinujące przygotowane są na bazie wody, może dojść do zmniejszenia przepuszczalności skały spowodowanej m.in. hydratacją minerałów ilastych i w efekcie ograniczenia dopływu mediów złożowych do odwiertu produkcyjnego. Minimalizacja tych niekorzystnych zjawisk jest możliwa dzięki m.in. optymalizacji składu chemicznego oraz ograniczeniu ilości wody w płynach szczelinujących i zastąpienie jej części gazem. Problemom tym wychodzi naprzeciw praca doktorska wykonana przez Autorkę, gdzie po raz pierwszy w kraju w sposób kompleksowy, na podstawie badań doświadczalnych, przedstawiono energetyzowane płyny szczelinujące, oraz oceniono ich oddziaływanie na skały zbiornikowe złóż węglowodorów.

Dysertacja jest bardzo obszerna, obejmuje 185 stron, zawiera 81 rysunków, 77 tabel oraz 133 pozycje literaturowe w dominującej ilości w języku angielskim. Rozprawa ma klasyczny układ, tzn. została podzielona na dwie części: literaturową i doświadczalną. Część literaturowa składa się z krótkiego wprowadzenia do tematu dysertacji i jednego rozdziału, złożonego z 5 podrozdziałów zawierających przegląd literatury. W dalszej części pracy zdefiniowano cel badawczy. Na część doświadczalną składają się: przedstawienie metodyki badań oraz prezentacja wyników i ich dyskusja. Rozprawę zamykają rozdziały z podsumowaniem wyników badań i wnioskami oraz spis literatury. Na końcu pracy znajduje

się wykaz dorobku naukowego Doktorantki oraz lista publikacji, z zaznaczeniem tych związanych z rozprawą. W pracy nie zamieszczono spisów rysunków i tabel, ani streszczeń w języku polskim i angielskim.

We **wprowadzeniu** Doktorantka przedstawiła rozważany w dalszej części problem dotyczący oceny oddziaływania płynów energetyzowanych na skały zbiornikowe złóż węglowodorów wraz z problematyką i zagrożeniami towarzyszącymi tradycyjnym metodom hydraulicznego szczelinowania powodującymi zmniejszenie przepuszczalności przestrzeni porowej. Jako alternatywę Autorka zaproponowała technologię z wykorzystaniem płynów spienionych, która pozwala na ograniczenie zjawisk powodujących zmniejszenie przewodności skał złożowych. Przedstawiona tu również została zawartość poszczególnych rozdziałów.

W **części literaturowej** rozprawy Doktorantka odnosi się do publikacji pochodzących w większości z ostatnich kilku lat, co potwierdza aktualność podjętej tematyki badawczej. W kolejnych podrozdziałach Doktorantka omówiła charakterystykę technologii oraz zagadnienia techniczne związane z zabiegami szczelinowania, w tym przedstawiła stosowane charakterystykę dodatków chemicznych do płynów szczelinujących. Kolejny rozdział zawiera omówienia alternatywnych i bezwodnych technologii szczelinowania jak: wykorzystanie skroplonych niskocząsteczkowych węglowodorów LPG, CO₂ i N₂. Następnie przedstawiła problematykę oddziaływania płynu szczelinującego ze skałami złożowymi podczas zabiegów szczelinowania oraz kryteria doboru płynów pod względem ich przydatności do szczelinowania. Ostatni podrozdział w części literaturowej obejmuje przegląd i charakterystyka składu chemicznego stosowanych dodatków do płynów szczelinujących.

Autorka sformułowała przejrzyście i jednoznacznie **cel swojej pracy**. Dotyczy on oceny oddziaływania wybranych energetyzowanych płynów szczelinujących na skały złożowe oraz analizy interakcji między nimi. Podkreśliła, że bezpośrednia adaptacja technologii i doświadczeń zagranicznych w zakresie szczelinowania w Polsce nie jest właściwym rozwiązaniem, a znane metody szczelinowania mogą wymagać modyfikacji lub rozwinięcia. Dla osiągnięcia tego celu przeprowadzono szereg badań eksperymentalnych a wyniki przeprowadzonych badań pozwoliły na opracowanie energetyzowanych płynów technologicznych do szczelinowania, o składzie minimalizującym ograniczenia przepuszczalności skał złożowych, pozwalającym na zastosowanie ich do szczelinowania formacji czerwonego spągowca niecki poznańskiej oraz piaskowca kliwskiego fliszu karpackiego. Autorka nie przedstawiła też pracy.

Wyniki Badań własnych autorka przedstawiła w rozdziałach 3,4,5 i 6. Rozprawa stanowi logiczną całość, na początku części doświadczalnej Doktorantka nakreśliła schemat postępowania z podziałem na trzy etapy prac badawczych, który realizowała w poszczególnych rozdziałach. Ich zakres był bardzo szeroki i pracochłonny, obejmował: dobór składu energetyzowanych płynów szczelinujących i badania poszczególnych dodatków do płynów energetyzowanych, a następnie wykonanie badań własności reologicznych i pianotwórczych wybranych płynów. Ponieważ tematyka rozprawy, jak podano w jej tytule, jest ściśle związana z oceną oddziaływania wybranych, sporządzonych i zbadanych przez Doktorantkę, energetyzowanych płynów szczelinujących na skały złożowe, ostatnim etapem części doświadczalnej była ocena oddziaływania energetyzowanych płynów szczelinujących na analizowane skały oraz ocena interakcji między nimi. Identyfikację, analizę i ocenę uszkodzenia formacji wykonano na podstawie badań mineralogiczno-petrograficznych. Rozdział 7 stanowi podsumowanie oraz zawiera końcowe wnioski uzyskane w wyniku realizacji pracy. Do najistotniejszych wniosków potwierdzających oryginalny wkład Autorki w rozwiązanie zagadnienia można zaliczyć kolejno:

- Płyny spienione są bardziej odporne na temperaturę panującą w złożu podczas szczelinowania, ponieważ spadek lepkości ze wzrostem temperatury jest bardziej intensywny dla cieczy niespionych w porównaniu z płynami spienionymi.
- Dodatek biocydu ma wpływ na właściwości reologiczne płynu szczelinującego. Spośród użytych środków bakteriobójczych aldehyd glutarowy w najmniejszym stopniu uszkadzał strukturę spienionych płynów szczelinujących i wpływał na ich reologię.
- Najwyższą zwilżalność skał złożowych - piaskowca karpackiego i czerwonego spągowca – osiągnięto dzięki zastosowaniu dodatku w postaci nanoemulsji na bazie terpenów cytrusowych.
- Zwiększenie stężenia środka pianotwórczego prowadzi do poprawy stabilności pian, zwłaszcza przy zastosowaniu dodatku w postaci polimerów, a szczególnie zmodyfikowanego guaru. Dodatki te wpływają na zwiększenie lepkości, trwałości piany i wytworzenie piany o mniejszej średnicy pęcherzyków, w porównaniu do pian bez dodatku polimeru.
- Oddziaływanie płynów spienionych azotem na przestrzeń porową, jednak płyny spienione powodowały mniejszą, o około 20%, redukcję przepuszczalności i porowatości skały niż płyny niespione.
- Na podstawie analizy obrazów SEM i UV, rentgenowskiej analizy fazowej i badania płytek cienkich, stwierdzono że, skład mineralny próbek czerwonego spągowca i piaskowca karpackiego po uszkodzeniach płynami szczelinującymi, nie zmienił się znacząco i nie zależy od rodzaju zastosowanego płynu szczelinującego.

Podczas badań Autorka wykorzystwała unikatową w skali kraju aparaturę badawczą: reometr rurowy z generatorem pian, a także najnowsze techniki badawcze, a mianowicie skaningową mikroskopię elektronową, metodę dyfraktometryczną (XRD) czy mikroskopię optyczną z profilometrem. Zarówno badania eksperymentalne i analizę uzyskanych wyników przeprowadzono rzetelnie, z uwzględnieniem niepewności wykonanych pomiarów.

W podsumowaniu tej części należy podkreślić właściwe sformułowanie celu przez Doktorantkę, jednocześnie sposób jego rozwiązania świadczy o dobrym przygotowaniu do prowadzenia prac badawczych. Zastosowane procedury, modyfikacje stanowisk badawczych czy powstały na potrzeby wykonania tej pracy patent, jak również obszerny i logiczny program badawczy oraz uzyskane wyniki mają znamiona aplikacyjne i stanowią oryginalny wkład Autorki w rozwijanie zagadnienia płynów energetyzowanych.

Ocena merytoryczna i wartość naukowa

Pani mgr inż. Klaudia Wilk w przedstawionej do recenzji rozprawie doktorskiej zajęła się ważnym zagadnieniem z zakresu udostępniania złóż węglowodorów a w szczególności intensyfikacji wydobycia, którym jest sprawdzenie wpływu oddziaływania płynów szczelinujących na skały zbiornikowe złóż węglowodorów dzięki przedstawionym wynikom prac badawczych. Problem ten jest ważny zarówno z teoretycznego jak i praktycznego punktu widzenia, a znajomość zagrożeń związanych z możliwością kolmatacji złoża jest kluczowym zagadnieniem podczas opracowywania technologii szczelinowania jak i sposobie projektowania płynów szczelinujących. Ponadto wiedza na temat możliwości przewidywania wpływu różnych płynów szczelinujących na przepuszczalność skały, umożliwia w praktyce przemysłowej ich modyfikację dla ograniczenia uszkodzenia złoża. Problem ten jest szczególnie istotny przy prowadzeniu prac eksploatacji złóż typu zamkniętego, formacji łupkowych, gdzie dla ich udostępniania konieczne jest wykonanie dużej ilości zabiegów szczelinowania skał ograniczając do minimum zjawiska niekorzystne związane z obecnością

wody tj. pęcznienie minerałów ilastych prowadzące do zmniejszenia przepuszczalności złoże i zmniejszenia przepływu węglowodorów.

Badania prowadzone przez Doktorantkę nad doborem płynów energetyzowanych azotem i ocena ich oddziaływania na złoże mają charakter nowatorski. Otrzymane wyniki potwierdziły, że taki tok prac pozwolił na wybór płynu szczelinującego powodującego minimalne uszkodzenie przepuszczalności formacji. Metodyka badawcza może być wykorzystana w praktyce przemysłowej do doboru bardziej efektywnej technologii szczelinowania złoże i może przyczynić się do większego zainteresowania metodami szczelinowania alternatywnych.

Jak wcześniej podkreślono, recenzowana praca doktorska jest pracą eksperymentalną i uwzględnia kilka specjalności naukowych. Na podstawie opisu i interpretacji wyników badań należy stwierdzić, że Doktorantka posiada wiedzę z różnych dziedzin, pozwalającą na logiczną i spójną prezentację badań eksperymentalnych. Autorka wykazała się biegłością w korzystaniu z różnych metodyk badawczych a także formułowaniu nowych – koniecznych do realizacji badań zawartych w pracy. Potwierdzeniem tego jest również aktywność naukowa wyrażona w publikacjach artykułów w czasopiśmie krajowych i zagranicznych oraz materiałach konferencyjnych a także wykonanie szeregu ekspertyz i opracowań na rzecz przemysłu.

Zasadność wyboru tematu rozprawy

W ocenie rozprawy zostało już podkreślone, że ocena oddziaływania wybranych energetyzowanych płynów szczelinujących na skały złożowe oraz analiza interakcji między nimi w celu ograniczenia uszkodzenia przepuszczalności formacji złożowej jest ważne dla efektywnej późniejszej produkcji węglowodorów z odwiertu. Stąd określenie efektów interakcji pomiędzy płynami szczelinującymi i energetyzowanymi płynami szczelinującymi a skałami złożowymi jest bardzo istotna. Doktorantka pokazuje, że metody badawcze obejmujące badania mineralogiczno-petrograficzne mogą być użytecznym narzędziem pozwalającym na analizę i ocenę uszkodzenia formacji. Biorąc pod uwagę powyższe stwierdzenia uznaję wybór tematu rozprawy doktorskiej mgr inż. Klaudii Wilk za uzasadniony potrzebami nauki jak i aplikacyjnymi dla zastosowań w przemyśle.

Uwagi i kwestie dyskusyjne

W czasie lektury rozprawy doktorskiej autorka nie uniknęła pewnych nieprawidłowości terminologicznych, edytorskich i stylistycznych. Wymienione wyżej drobne błędy czy sformułowania, nie wpływają na moją ocenę recenzowanej rozprawy. Praca doktorska Pani mgr inż. Wilk stanowi wyczerpujące studium złożonego problemu naukowego, dotyczącego ważnej kwestii określenia oddziaływania płynów szczelinujących z dodatkiem azotu na skały złożowe oraz opracowania energetyzowanych płynów szczelinujących, o składzie pozwalającym na minimalizację uszkodzenia przepuszczalności skały złożowej, udokumentowane wynikami uzyskanymi różnymi technikami badawczymi. Analiza wyników uzyskanych przez Doktorantkę przynosi wiele wartościowych informacji, możliwych do dalszego wykorzystania w pracach eksperymentalnych i polowych.

Wniosek końcowy

Praca ukierunkowana jest na badania dotyczące innowacyjnej technologii szczelinowania hydraulicznego, za pomocą płynów energetyzowanych, która daje możliwość efektywnego wykorzystania zasobów konwencjonalnych i niekonwencjonalnych złóż węglowodorów a także może być wykorzystana do zwiększenia bezpieczeństwa w kopalniach

poprzez zapewnienie efektywnego narzędzia wykorzystywanego w procesach odmetanowania węgla i skał towarzyszących.

Biorąc pod uwagę tematykę i zakres przeprowadzonych badań oraz dużą wartość naukową otrzymanych rezultatów stwierdzam, że recenzowana rozprawa spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie Panią mgr inż. Klaudię Wilk do dalszych etapów przewodu doktorskiego.


