

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
RUDARSKO-GEOLOŠKO-NAFTNI FAKULTET  
ZAVOD ZA NAFTNO INŽENJERSTVO

**Izrada uređaja i modifikacija rutinskih metoda mjerenja propusnosti stijena za primjenu na ekstremno propusne i nepropusne uzorke**

Mislav Juranko

Zagreb, 2018.

Ovaj rad je napisan na Zavodu za naftno inženjerstvo na Rudarsko-Geološko-Naftnom fakultetu uz praktičan radi razvoj aparature u Laboratoriju za rutinske i specijalne analize ležišnih stijena, pod vodstvom izv.prof. dr. sc. Domagoja Vulina i predan je na natječaj za dodjelu Rektorove nagrade u ak. god. 2017./2018.

## Sadržaj

1. Uvod .....	1
2. Hipoteza, opći i specifični ciljevi rada .....	4
3. Metode, plan rada i izrada aparature za mjerenje .....	6
3.1. Izrada i validacija metode proračuna koeficijenta propusnosti iz podataka tlaka u vremenu .	6
3.2. Spajanje analognog senzora i Arduino procesora.....	12
3.3. Računalni kod za čitanje informacija od senzora te prikaz i bilježenje na PC računalu.....	13
3.4. Validacija mjerenja.....	14
4. Rezultati .....	29
4.1. Rezultati umjeravanja mjernog pretvornika .....	29
4.2. Određivanje volumena metalnog spremnika .....	30
4.3. Određivanje volumena isprintanog spremnika .....	30
4.4. Metoda padajućeg tlaka .....	30
5. Zaključci .....	36
6. Popis literature .....	38
7. Dodatci .....	40
D1. Arduino kod za prihvatanje podataka .....	40
D2. Python kod za prikaz i zapis (logiranje) podataka .....	41
8. Sažetak .....	43
9. Summary, .....	44

## Popis slika

Slika 1-1. Shematski prikaz mjerenja propusnosti.....	1
Slika 3-1. Ekstrapolacija mjerenih vrijednosti propusnosti do beskonačnog tlaka ( $1/p=0$ ) tj. apsolutne propusnosti. ....	7
Slika 3-2. Efekt brzine protjecanja na Darcyevu jednadžbu, tj. tip protoka kroz uzorak stijene.....	8
Slika 3-3. Dijagram ovisnosti $\ln$ funkcije o vremenu.....	11
Slika 3-4 Prikaz uređaja za mjerenje tlaka.....	13
Slika 3-5 Shema membrane s difundiranim otpornicima (prilagođeno od Farden, 2010).....	15
Slika 3-6 Mjerni pretvornik tlaka.....	16
Slika 3-7 Mjerni pretvornik tlaka korišten prilikom umjeravanja INA-i.....	17
Slika 3-8 Arduino sklop (preuzeto sa learn.sparkfun.com, 2018).....	18
Slika 3-9 Dijelovi ADS1115 modula (prilagođeno sa adafruit.com, 2018).....	19
Slika 3-10 Prototip spremnika nacrtan u CAD software-u.....	21
Slika 3-11 Prvi model spremnika.....	22
Slika 3-12 Drugi model spremnika.....	22
Slika 3-13 Spremnik korišten pri mjerenju propusnosti metodom padajućeg tlaka.....	23
Slika 3-14 Stereolitografski 3D pisač.....	24
Slika 3-15 Prikaz Arduino IDE sučelja.....	25
Slika 3-16 Prikaz mogućih vrsta pojačanja analognog signala (preuzeto sa learn.adafruit.com, 2018).....	26
Slika 3-17 Varijabla s pojačanim vrijednostima napona (preuzeto sa learn.adafruit.com, 2018).....	26
Slika 3-18 Prikaz dijela koda za prihvat i obradu podataka u programskom jeziku Python.....	27
Slika 3-19 Jednostavno grafičko sučelje.....	28
Slika 4-1 Uređaji za mjerenje.....	30
Slika 4-2 Mjerenje malim spremnikom.....	31
Slika 4-3 Uzorak 1 $d= 3.75$ cm, $h = 8.77$ cm.....	31
Slika 4-4 Uzorak 2 $d= 3.75$ cm, $h= 4.77$ cm.....	32
Slika 4-5 Grafički prikaz cijelog mjerenja i pripadne $\ln$ funkcije.....	32
Slika 4-6 Grafički prikaz ovisnosti tlaka o vremenu i $\ln$ funkcije o vremenu uz pripadne regresije.....	33
Slika 4-7 Prikaz intervala sa velikim odstupanjem od krivulje regresije.....	33
Slika 4-8 Ekstrapolirana krivulja tlaka i $\ln$ krivulja.....	34

## Popis tablica

Tablica 3-1. Podatci o uvjetima mjerenja propusnosti asfalta (iz Li et al., 2004).....	10
Tablica 3-2. Podatci o promjeni tlaka u spremniku ( $p(t)$ ) s vremenom $t$ .....	10
Tablica 4-1 Tablica sa vrijednostima mjerenja uzorka 1.....	34
Tablica 4-2 Tablica sa vrijednostima mjerenja uzorka 2.....	35

## Popis korištenih oznaka i jedinica

A	- površina, $m^2$
b	- Kilkenbergova konstanta
c	- konstanta integracije
$I$	- jakost struje, mA
k	- propusnost, $m^2$

$L$	- duljina, m
$P$	- tlak, mBar
$P_{\text{atmosferski}}$	- atmosferski tlak, kPa
$P_{\text{početni(g)}}$	- početni manometarski tlak, kPa
$\Delta p$	- promjena tlaka, kPa
$p_{\text{atm}}$	- atmosferski tlak
$\bar{p}$	- srednji tlak, kPa
$P_{\text{smp}}$	- tlak u plinskom spremniku, kPa
$q$	- protok, cm <sup>3</sup> /s
$t$	- vrijeme, s
$U$	- napon, mV
$V$	- volumen plinskog spremnika
$V_{\text{spremnik}}$	- volumen spremnika, cm <sup>3</sup>
$V_{\text{uzorak}}$	- volumen uzorka, cm <sup>3</sup>
$Z$	- debljina uzorka, cm
$\mu$	- viskoznost, Pas
$\bar{Q}$	- srednji protok, m <sup>3</sup> /h
$k_a$	- apsolutna propusnost, m <sup>2</sup>
$\xi$	- gornja granica intervala, cm
$\delta$	-
$\varepsilon$	-
$\psi$	- parametar promjene tlaka u vremenu, Pa <sup>2</sup> /s
$\phi$	- poroznost, %

### Popis kratica

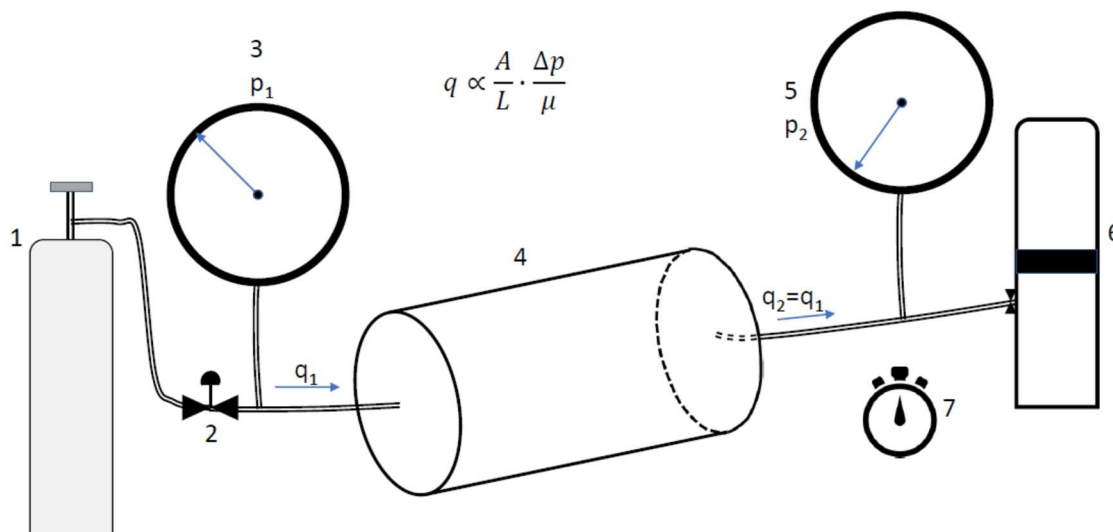
ADC	– analogno digitalni konverter (engl. <i>analog to digital converter</i> )
AM	– aditivna proizvodnja (engl. <i>additive manufacturing</i> )
AREF	– analogno referiranje (engl. <i>analog reference</i> )
CAD	– računalom potpomognuto oblikovanje (engl. <i>computer aided design</i> )
EOR	– dopunske metode iskorištavanja naftnih ležišta (engl. <i>enhanced oil recovery</i> )
GND	– uzemljenje (engl. <i>ground</i> )
GUI	– grafičko korisničko sučelje (engl. <i>graphical user interface</i> )

- I<sup>2</sup>C – sabirnica (engl. *inter integrated circuit*)
- IDE – integrirano razvojno okruženje (engl. *integrated development environment*)
- IT – informacijska tehnologija (engl. *information technology*)
- LED – svjetleća dioda (engl. *light-emitting diode*)
- PWM – modulacija širine impulsa (engl. *pulse width modulation*)
- RCAL – rutinske analize stijena (engl. *routine core analysis*)
- RX – primanje podataka (engl. *receive*)
- SCL – linija serijskog vremena (engl. *serialclock line*)
- SDA – linija serijskih podataka (engl. *serial data line*)
- TR – slanje podataka (engl. *transmit*)
- USB – univerzalna serijska sabirnica (engl. *universal serial bus*)

## 1. Uvod

Mjerenje propusnosti stijena i hidrauličke vodljivosti ključni je parametar kod projektiranja mnogih podzemnih objekata. U naftnom inženjerstvu koristi se Darcyeva jednadžba i koeficijent propusnosti ( $k$ ,  $m^2$ ) kako bi se predvidjelo dinamiku, tj. volumetrijski protok fluida (nafte, prirodnog plina, vode). Kada se razmatraju dopunske, tj. tzv. tercijarne metode pridobivanja (engl. *Enhanced Oil Recovery*, EOR), laboratorijskim analizama utiskivanja različitih supstanci, npr. pjena, vodenih otopina polimera, surfaktanata, plinova poput  $CO_2$  itd., efektivna propusnost se može izrazito razlikovati za pojedini fluid zbog sila adhezije stijene i fluida te zbog izrazito heterogenog sastava stijene i geometrija pornih kanala.

Kod protoka u plićim strukturama, potrebno je predvidjeti brzinu filtriranja vode kroz stijenu i tlo, čime se može predviđati promjene kapaciteta vodonosnika u periodima s više ili manje padalina. Brzina filtriranja se najčešće izražava kao površinska brzina, čime se mjerenja propusnosti ponovo svode na poznavanje dimenzija uzorka kroz koji prolazi fluid, viskoznosti fluida te razlika tlakova na mjestu napajanja (utiskivanja fluida) i crpljenja (proizvodnje fluida). U ova dva široka područja rutinski se mjeri propusnost aparaturom koja se, pojednostavljeno opisujući, sastoji od voda za utiskivanje fluida, manometra na kojem se očitava tlak na ulazu ( $p_1$ ), držača uzorka tla ili stijene (najčešće valjkasti uzorak stijene koji se u petrofizici naziva jezgrom, engl. *core*) gdje se može primijeniti tlačno naprezanje, te od voda na izlazu iz uzorka gdje se očitava izlazni tlak ( $p_2$ ) i volumetra tj. mjerača protoka na kojem se očitava vrijeme ( $t$ , s) i volumetrijski protok ( $V$ ,  $cm^3$ ). Bilo da se mjeri propusnost za vodu (tj. hidraulička vodljivost) ili za plin (koristi se dušik ili zrak), iz praktičnih razloga se mjeri pri konstantnom tlaku ( $\Delta p$ , Pa) pri čemu je razlika tlakova toliko malena da se može zanemariti stlačivost fluida, te je tada i konstantan volumetrijski protok (Slika 1-1).



Slika 1-1. Shematski prikaz mjerenja propusnosti

Shema na [Slika 1-1](#) pokazuje uređaj za mjerenje propusnosti s osnovnim dijelovima: 1 – boca s dušikom (ili za hidrauličku vodljivost spremnik s pumpom za vodu), 2 - regulacijski ventil (kako bi se održao konstantan protok), 3 – manometar za mjerenje ulaznog tlaka, 4 – držač uzorka (jezgre), 5 – manometar za mjerenje tlaka na izlazu iz jezgre, 6 – mjerač volumena i 7 – mjerač vremena.

Mjerenja prema takvoj shemi koriste se komercijalno u praksi, također i na RGN fakultetu u dva laboratorija. Međutim, mjerenje protoka kroz porozni medij sastavni je element procjene širenja kontaminanata, pri čemu se može raditi o jako brzom protoku ili jako sporom, praktički difuznom protjecanju. Motivaciju i ideja za konstrukciju aparature nastala je nakon nekoliko slučajeva mjerenja na koje se naišlo u Laboratoriju za rutinske i specijalne analize ležišnih stijena na RGN fakultetu i kad rutinsko mjerenje (plino)propusnosti nije davalo zadovoljavajuće rezultate. U slučaju mjerenja plinopropusnosti materijala za izradu geosintetičkih barijera ([Vučenović, 2016](#)), ispitivalo se propusnost vodom saturiranog bentonita, što predstavlja izrazito nepropusan materijal koji se upravo zato i koristi kao pokrov na odlagalištima otpada. Raspadom otpada, ispod pokrova od geosintetičke barijere nastaje metan i za ispitivanje takvih materijala pogodno je definirati novi pojam, a to je analiza nepropusnosti, pošto u reprezentativnim uvjetima visoke saturacije bentonita uzorak izuzetno teško propušta plin. Mjerenje bi dugotrajno trajalo bez uspostavljanja protoka, sve do takvog spontanog sušenja uzorka nakon kojeg bi nastao jako spori protok, koji je teško mjeriti volumetrijski. Drugom prilikom, mjerenja prešanih suhih bentonitnih uzoraka u svrhu određivanja svojstava materijala kojima se dodatno štite spremnici za podzemno skladištenje nuklearnog otpada rađena su u samo dijelu reprezentativnih uvjeta. Pri tome se uočilo kako propusnost suhih valjkastih uzoraka bentonita izrazito ovisi o vanjskom opterećenju, ali također i o spontanom povećanju vlage u uzorcima. U slučaju mjerenja plinopropusnosti izrazito propusnih materijala, pri malim tlakovima protok i tlakovi se približavaju granicama točnosti manometara i mjerača volumena, a pri većim tlakovima dolazi do turbulentnih uvjeta protjecanja pri kojima nije primjenjiva Darcyeva jednadžba.

Mjerenje propusnosti stijena koje se mogu smatrati stijenama iz nekonvencionalnih ležišta (s koeficijentima propusnosti ispod  $10^{-15}$  m<sup>2</sup>, [Zhuetal., 2012](#); [Cardner, 2012](#)) također je davalo lošije rezultate rutinskom metodom. Također nisu bila moguća ispitivanja nepropusnosti stijena koje su pokrovne izolatorske stijene dubokog slanog akvifera, prema preliminarnim ocjenama pogodnog za trajno skladištenje ugljičnog dioksida.

Kod rutinske metode (u slučaju spomenutog laboratorija na RGN fakultetu izvodi se mjerenje propusnosti za zrak, tj. dušik uz korištenje Hasslerovog držača jezgre s bočnim opterećenjem na valjkasti uzorak) detektirano je kako bi za svaki zaseban tip uzorka trebalo bitno modificirati držač uzorka, ali i ostale dijelove aparature.



Mjerenje propusnosti padajućim tlakom (engl. *falling head*) slabo je zastupljeno općenito, tj. metode najčešće nisu standardizirane, a često nisu niti validirane. Principi takvog mjerenja primijenjeni su za ispitivanje propusnosti kolnika, tj. asfalta (Cooley, 1999; Cooley i Brown, 2000), u agrikulturnom, okolišnom i geotehničkom inženjerstvu, za određivanje procjeđivanja iz septičkih jama, zagađenja podzemnih voda, kanala za odvodnju vode itd. (Rodgers i Mulqueen, 2006). Osim nekoliko objavljenih radova vezanih uz plinopropusnost geosintetičkih barijera i asfalta (Bouazza i Vangpaisal, 2003; Jiao i dr., 2004; Barraletal., 2010), ova metoda mjerenja tek je u razvitku, i nije validirana prema preciznosti koja je potrebna za gore navedene slučajeve.

## 2. Hipoteza, opći i specifični ciljevi rada

Rutinske analize stijena (engl. *routine core analysis*, RCAL) su dobile dotičan naziv zbog brzine izvođenja pa se tako posljedično takve analize može izvoditi masovno i rutinski. Međutim manometri, držač jezgre i mjerač volumena plina te sustav za kontrolu protoka i prihvata podataka su skupocjeni elementi uređaja za mjerenje protoka, te svaka modifikacija sustava predstavlja značajnu investiciju.

**Hipoteza glasi:** mjerenjem brzine pada tlaka u spremniku plina koji je povezan s uzorkom (tla, stijene, geosintetičke barijere, saturiranih i nesaturiranih bentonitnih materijala), može se precizno odrediti propusnost svih uzoraka koji se mogu mjeriti i standardnim (rutinskim) mjerenjem propusnosti, ali se može i precizno odrediti propusnost izrazito propusnih uzoraka te propusnost uzoraka izrazito malih propusnosti. Također može se mjeriti kvaliteta materijala koji bi trebali djelovati kao nepropusna barijera (izolatorske stijene u podzemnim skladištima prirodnog plina, CO<sub>2</sub>, geosintetičke barijere, i sl.). Spomenuto povećanje preciznosti, za razliku od publiciranih rezultata i slučaja mjerenja s postojećom opremom dobilo bi se visokom preciznosti senzora za tlak, te brzinom automatiziranog bilježenja podataka na računalu.

Pri tome je bilo potrebno istražiti literaturu, detektirati zastupljenost i provjerenost metode padajućeg tlaka s plinom kao medijem, a zatim izraditi elemente aparature te usporediti mjerene rezultate s drugim mjerenjima u laboratoriju i s podacima iz literature (za materijale koji se nisu mogli rutinski mjeriti u laboratoriju).

Opći ciljevi rada su:

- 1- izrada i validacija metode proračuna koeficijenta propusnosti iz podataka pada tlaka u vremenu
- 2- izrada sustava za prihvata podataka – Arduino kontrolera koji će biti pravilno spojen na senzor tlaka,
- 3- izrada adekvatnog računalnog koda za slanje informacija od Arduino kontrolera, te računalnog koda na računalu za čitanje istih informacija, njihovo bilježenje, grafički prikaz i spremanje na disk (engl. *logger*)
- 4- validacija mjerenja usporedbom s mjerenjima na postojećoj opremi i usporedbom s podacima iz literature

Realizacijom općih ciljeva rada u laboratoriju je uspostavljena nova inovativna metoda mjerenja.

Iz rada proizlaze **specifični ciljevi rada** koji suplementarno podupiru hipotezu:

- nabava preciznog senzora tlaka koji će kasnije koristiti za umjeravanje jeftinijih i manje preciznih senzora tlaka

- sustav (prije svega senzor tlaka) je potrebno umjeriti pomoću adekvatne opreme
- cijena sustava ide u prilog činjenici da bi mjerenja slabopropusnih uzoraka mogla trajati jako dugo, te je bilo potrebno razmotriti mogućnost izrade više potpunih sustava (senzor, spremnik, držač uzorka) kako bi bilo moguće istovremeno mjerenje
- pretpostavka je kako će mjerenja, ovisno o kakvom se uzorku radi, trebati spremnike različitih dimenzija (zapremnina). Isto tako, optimalan početni tlak u spremniku ovisi o tipu (propusnosti) uzorka. Kako su tlakovi za slabopropusne uzorke često jako niski, cilj je dizajnirati spremnik i izraditi ga pomoću 3D pisača
- izraditi aplikaciju za grafički prikaz podataka u realnom vremenu i pametnu kontrolu mjerenja.

### 3. Metode, plan rada i izrada aparature za mjerenje

#### 3.1. Izrada i validacija metode proračuna koeficijenta propusnosti iz podataka tlaka u vremenu

Rutinske analize mjerenja propusnosti uzoraka stijene temelje se na konstantnom protoku. Kako bi se eliminirali efekti interakcije sa stijenom, koristi se plin, najčešće dušik ili komprimirani zrak. Aparatura se sastoji (Slika 1-1) od izvora, tj. boce sa stlačenim dušikom (oko 180 bar), zatim regulatora tlaka koji osigurava konstantan ulazni tlak koji se mjeri preciznim manometrom, nakon toga držača jezgre kroz koji uzdužno prolazi dušik te mjerača volumena plina i izlaznog tlaka u kojem se uz bilježenje vremena na štoperici očitavaju volumeni plina na izlazu iz jezgre (uzorka stijene) iz čega se proračuna volumetrijski protok  $Q$  ( $\text{m}^3/\text{s}$ ). Uzorak (jezgra) je izrezan i obrađen u obliku valjka te su mu poznate dimenzije, tj. površina baze ( $A$ ,  $\text{m}^2$ ) i duljina  $L$  (m). Opća Darcyeva jednadžba protoka glasi:

$$Q = \frac{kA}{\mu L}(\Delta p) \quad (3.1)$$

Kako se viskoznost plina (dušika,  $\mu$ , Pa·s) može smatrati konstantnom jer se mjeri pri maloj razlici tlakova, a izmjereni su protok, dimenzije uzorka i razlika tlakova, trivijalno je izračunati propusnost  $k$  ( $\text{m}^2$ ).

Kako Darcyeva jednadžba pretpostavlja da je protok linearan, i da je fluid nestlačiv, preporučljivo je protoke računati pri srednjem tlaku ( $\bar{p}$ ):

$$\bar{Q} = \frac{p_2 Q_2}{\bar{p}} \quad (3.2)$$

Srednji protok za plin  $\bar{Q}$  će dakle biti nešto manji pri srednjem tlaku od protoka na izlazu iz uzorka ( $Q_2$ ).

Takva pretvorba je potrebna jer u teoriji Darcyeva jednadžba vrijedi za infinitezimalnu duljinu protjecanja  $dx$ :

$$q \int_0^L dx = -\frac{k}{\mu} \cdot A \int_{p_1}^{p_2} dp \quad 3.3$$

tj.

$$k = \frac{2\bar{Q}\mu L p_2}{A \cdot (p_1^2 - p_2^2)} \quad 3.4$$

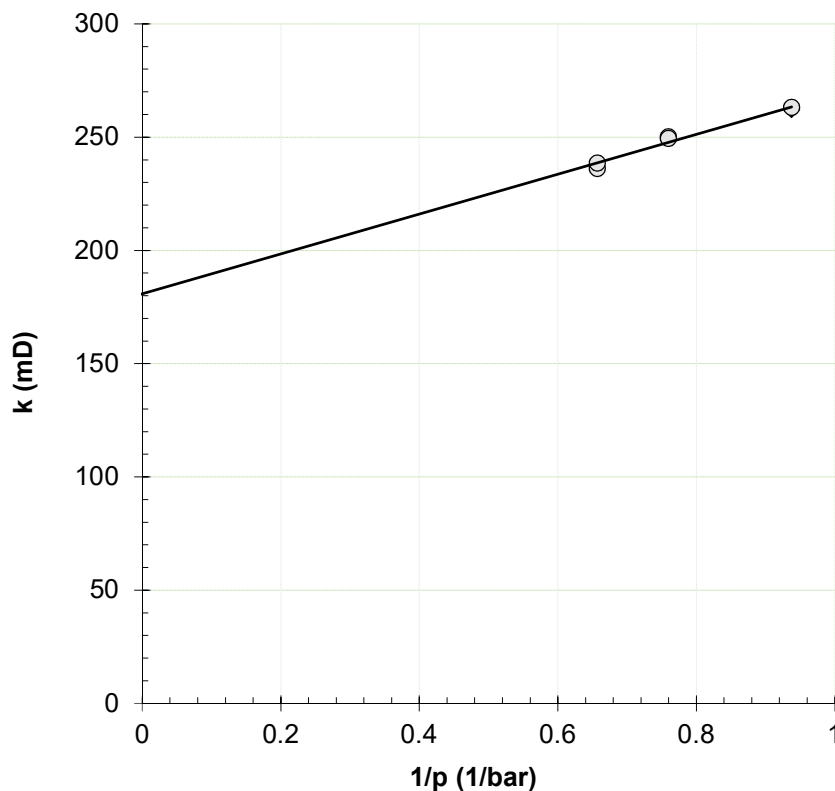
Klinkenberg (1941) je opisao efekt proklizavanja plina do kojeg dolazi pri većim srednjim tlakovima protjecanja plina:

$$k_a = \frac{k}{1 + \frac{b}{p}}$$

3.5

Gdje je  $b$  Klinkenbergova konstanta određena nagibom pravca na dijagramu recipročnog tlaka i mjerenih propusnosti ( $a$ ) i apsolutnom (ekstrapoliranom) vrijednosti propusnosti ( $k_a$ , Slika 3-1):

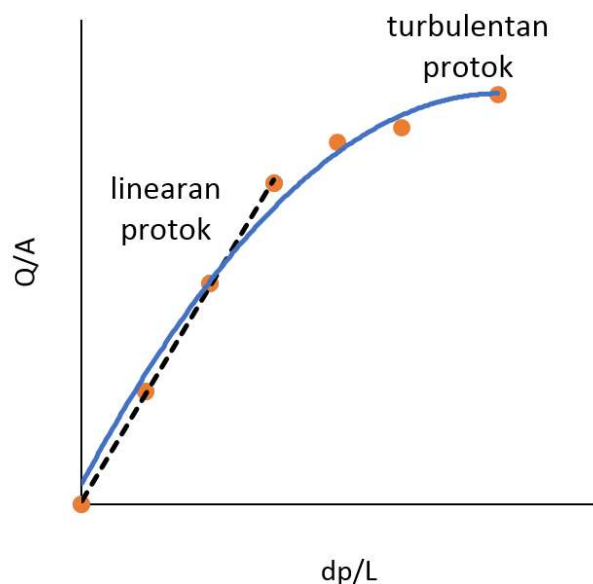
$$b = \frac{k_a}{a} \quad 3.6$$



Slika 3-1. Ekstrapolacija mjerenih vrijednosti propusnosti do beskonačnog tlaka ( $1/p=0$ ) tj. apsolutne propusnosti.

Klinkenberg je uočio kako se pri mjerenju plinopropusnosti stijene konzistentno dobivaju niže vrijednosti ukoliko je mjereno pri većem prosječnom tlaku. Koristio je više fluida te ustanovio kako ekstrapolacijom propusnosti u beskonačnost, tj.  $1/p=0$ , bez obzira na korišteni fluid može odrediti jedinstveni iznos propusnosti, pošto svi ekstrapolirani pravci za fluide različitih gustoća konvergiraju u istu (apsolutnu) propusnost. Pretpostavio je kako će za tekućinu, tj. vodu taj pravac biti horizontalna linija, tj. tlak neće utjecati na mjerenu propusnost za tekućine.

Ukoliko se radi o uzorcima nižih propusnosti, ovo je bitan faktor jer se tad propusnost mjeri pri većim tlakovima i većoj razlici tlakova kako bi se moglo uočiti povećanje volumena u mjerачu volumena u vremenu. Međutim, ukoliko se brzina protjecanja u nekim porama (podrazumijeva se da su uzorci stijena i sl. ipak heterogeni i na pornoj razini) poveća, postoji opasnost da definicijski uvjet Darcyveve jednadžbe (laminaran protok) nije zadovoljen (Slika 3-2).



Slika 3-2. Efekt brzine protjecanja na Darcyvevu jednadžbu, tj. tip protoka kroz uzorak stijene.

Li et al. (2004) zorno su opisali metodu mjerenja plinopropusnosti, na način da se bilježi pad tlaka u plinskom spremniku, iz kojeg kroz uzorak poznatih dimenzija istječe plin u atmosferu.

Početnu jednadžbu su postavili ovisno o vremenu:

$$\frac{Ak}{2V} \frac{\partial P_{smp}^2}{\partial z} = \frac{dP}{dt} \quad 3.7$$

gdje su  $P(t) = P_{smp}(0, t)$  tlak u plinskom spremniku u momentu  $t$  (s), a  $z$  (m) visina tj. razdaljina od kontakta plinskog spremnika i uzorka ( $z=0$ ).

Koristeći Baehr i Hultove (1991) pretpostavke, da se može zanemariti varijaciju temperature duž uzorka te gravitacijski efekt, za izotermni stlačivi vertikalni protok zraka u uzorku su koristili izraz:

$$\frac{P_m}{P_{smp}} \cdot \frac{\phi}{P_m} \cdot \frac{\partial P_{smp}^2}{\partial z} = \frac{k}{\mu} \cdot \left( \frac{\partial^2 P_{smp}^2}{\partial z^2} \right) \quad 3.8$$

gdje je  $\phi$  poroznost (udio pornog volumena u volumenu uzorka),  $P_m$  je srednji tlak definiran kao aritmetička sredina maksimalnog i minimalnog tlaka u ispitivanju.

Li et al. (2004) su mjerili propusnost asfalta te su ciljano odabrali niski početni tlak mjerenja:

$$p_{atm} + 3 = 104.3 \text{ kPa} \quad 3.9$$

Kako je  $p_{atm}$  atmosferski tlak (101.325 kPa), takav uvjet daje srednji tlak  $P_m=102.8$  kPa i tada je za  $\frac{P_m}{P_{smp1}}$  moguće pretpostaviti  $\frac{P_m}{P_{smp1}} = 1$  uz pogrešku manju od 1.5%. Ukoliko se mjere uzorci vrlo visokih ili vrlo niskih propusnosti, ovakva pogreška je prihvatljiva.

Kada se integrira **jednadžba (6.8)** po varijabli  $z$  u intervalu  $(0, \xi)$ , a zatim na cijelom duljini uzorka  $(0, Z)$  može se pisati:

$$\left. \frac{\partial P_{smp1}^2}{\partial z} \right|_{z=0} = \frac{P_{atm}^2 - P^2(t)}{Z} (1 - \varepsilon) \quad 3.10$$

$$\varepsilon = \frac{1}{P_{atm}^2 - P^2(t)} \cdot \frac{\phi \cdot \mu}{k \cdot P_m} \int_0^Z \left[ \int_0^\xi \frac{\partial P_{smp1}^2}{\partial t}(z, t) dz \right] d\xi \quad 3.11$$

Diferenciranjem iste jednadžbe po vremenskom parametru  $t$ , uz označavanje  $\frac{\partial P_{atm}^2}{\partial t} = \psi(z, t)$  proizlazi:

$$\frac{\phi}{P_m} \cdot \frac{\partial \psi}{\partial t} = \frac{k}{\mu} \cdot \frac{\partial^2 \psi}{\partial z^2} \quad 0 < z < Z \quad 3.12$$

i tad se treba postaviti rubne uvjete:

$$\psi|_{z=0} = \frac{dP^2}{dt} \quad i \quad \psi|_{z=Z} = 0 \quad 3.13$$

$$te \quad |\psi(z, t)| = |\partial P_{smp1}^2 / \partial t| \leq \left| \frac{dP^2}{dt} \right| = 2 \left| P \left( \frac{dP}{dt} \right) \right| \quad 3.14$$

Supstitucijom jednadžbe 6.14 u 6.11 proizlazi:

$$|\varepsilon| \leq \frac{\phi \cdot \mu \cdot Z^2}{k \cdot P_m} \cdot \frac{P(t)}{P^2(t) - P_{atm}^2} \left| \frac{dP}{dt} \right| = \delta \quad 3.15$$

Kada je  $\delta \ll 1$ ,  $\varepsilon$  iz jednadžbe 6.10. može biti zanemaren i uvrštavanjem 6.10. u 6.7:

$$\frac{Ak}{2VZ} dt = \frac{2dP}{(P_{atm} + P)(P_{atm} - P)} \quad 3.16$$

Integriranjem jedn. 6.16 u rasponu od 0 do  $t$  dolazi se do konačne jednadžbe:

$$\ln \left( c \frac{P(t) - P_{atm}}{P(t) + P_{atm}} \right) = - \frac{A \cdot P_{atm} k}{V \cdot Z \cdot \mu} \cdot t \quad 3.17$$

gdje je c konstanta:

$$c = \frac{P(0)+P_{atm}}{P(0)-P_{atm}} \quad 3.18$$

Iz jednadžbe 6.17 razvidno je kako je ln funkcija  $\ln\left(c \frac{P(t)-P_{atm}}{P(t)+P_{atm}}\right)$  linearno ovisna samo o vremenu. Tada se može pronaći nagib (s) u dijagramu linearne ovisnosti ln funkcije o vremenu i može se ispisati pojednostavljena jednadžba za proračun koeficijenta propusnosti:

$$k = -\frac{V \cdot Z \cdot \mu \cdot s}{A \cdot P_{atm}} \quad 3.19$$

Osim što se u literaturi mjerenja plinopropusnosti ovom metodom rijetko spominju, i pored inovativnosti proračunske metode, rad od Li et al. (2004) je jedan od rijetkih reproducibilnih radova iz ovog područja. Stoga je provedena i validacija mjerenja iz originalne publikacije (Li et al., 2004). Uneseni su podatci o uzorku i uvjetima mjerenja (Tablica 3-1), te su digitalizirane mjerene točke iz slike 2 u dotičnom radu (Li et al., 2004, fig. 2). Na temelju tih točaka izrađena je tablica (Tablica 3-2). Određen je parametar  $c=68.5$  te nagib pravca s na dijagramu ovisnosti ln funkcije o vremenu ( $s=-0.053685361$ , Slika 3-3). Pri tome je ključno precizno definirati koeficijent smjera, kako se početna pretpostavka pogreške od 1.5 % ne bi dodatno uvišestručila, i dobiven je rezultat za propusnost  $k=30.38$  mD tj. približno  $30.4 \cdot 10^{-15}$  m<sup>2</sup>.

Tablica 3-1. Podatci o uvjetima mjerenja propusnosti asfalta (iz Li et al., 2004)

SI					
promjer uzorka	<b>d</b>	18.8	cm	0.18800	m
površina uzorka	<b>A</b>	277.5911	cm <sup>2</sup>	0.02776	m <sup>2</sup>
debljina uzorka	<b>Z</b>	5.5	cm	0.05500	m
atmosferski tlak	<b>p<sub>atm</sub></b>	101.3	kPa	101300	Pa
početni tlak	<b>p(0)</b>	104.3	kPa	104300	Pa
viskoznost zraka	<b>μ</b>	1.76E-04	g/(cm·s)	0.0000176	kg/(m·s)=Pa·s
volumen plinskog spremnika	<b>V</b>	1644	cm <sup>3</sup>	0.00164	m <sup>3</sup>

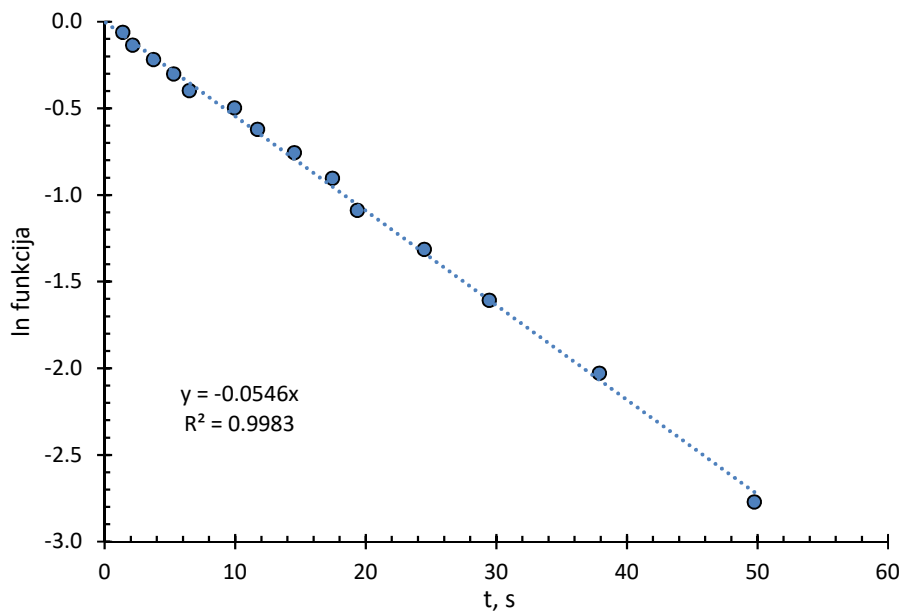
Tablica 3-2. Podatci o promjeni tlaka u spremniku (p(t)) s vremenom t.

<b>t</b>	<b>p(t)-p<sub>atm</sub></b>	<b>p(t)</b>	<b>ln funkcija</b>
s	kPa	kPa	



0.09289	3.01936	104.3	0.00634
1.39035	2.81667	104.1	-0.06216
2.15101	2.61407	103.9	-0.13582
3.75495	2.40252	103.7	-0.21918
5.28274	2.20859	103.5	-0.30240
6.50352	2.00591	103.3	-0.39767
9.94848	1.81164	103.1	-0.49858
11.70579	1.60007	102.9	-0.62174
14.53699	1.39710	102.7	-0.75639
17.44514	1.20293	102.5	-0.90507
19.35610	1.00013	102.3	-1.08871
24.48790	0.79676	102.1	-1.31504
29.46633	0.59342	101.9	-1.60870
37.89565	0.38947	101.7	-2.02881
49.77588	0.18491	101.5	-2.77270

---



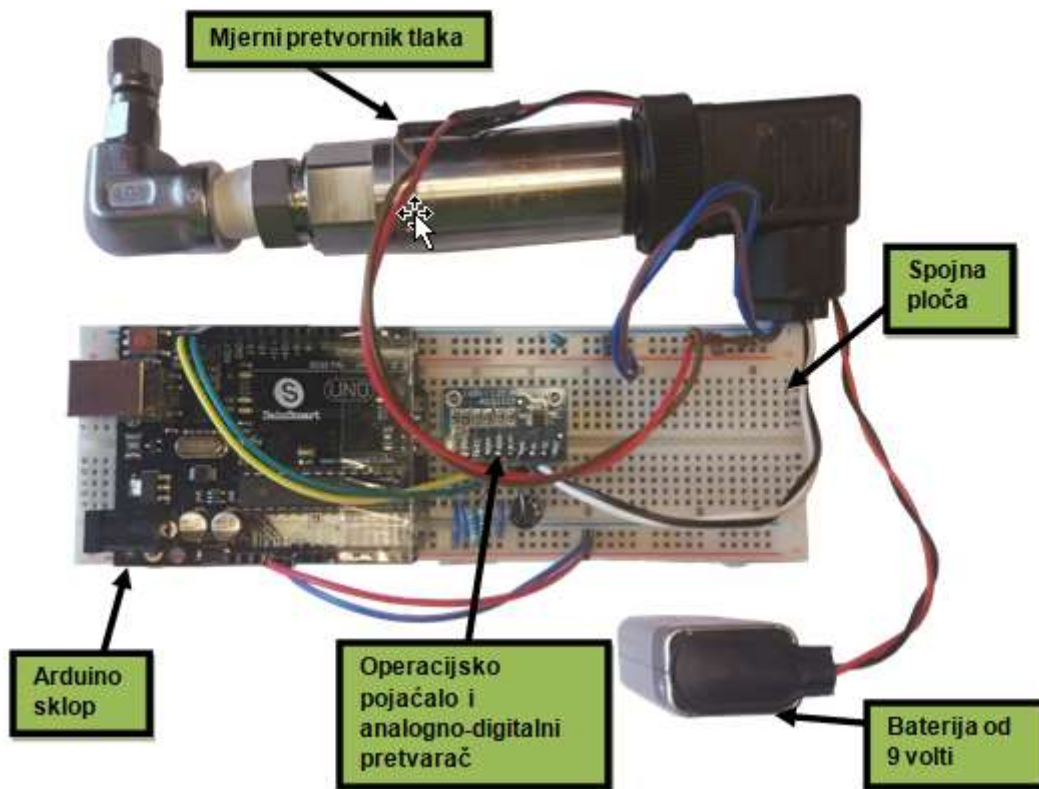
Slika 3-3. Dijagram ovisnosti ln funkcije o vremenu

### 3.2. Spajanje analognog senzora i Arduino procesora

Glavni dijelovi koji su korišteni tokom izrade uređaja za mjerenje tlaka su analogni mjerni pretvornik tlaka te Arduino mikrokontrolerski sklop. Mjerni pretvornik tlaka koji je korišten je analogni silicijski mjerni pretvornik tlaka koji funkcionira na principu piezootporničkog efekta. Arduino je platforma otvorenog koda koja se sastoji od programabilnog upravljačkog sklopa (engl. *programmable circuit board*), koji se koristi za fizičko spajanje s elektroničkim komponentama kojima se želi upravljati, i integriranog razvojnog okruženja (engl. *integrated development environment*, IDE) koje funkcionira na bazi programskog jezika C, te služi za programiranje samog upravljačkog sklopa. Razlika između Arduino sklopa i industrijskih mikrokontrolera je, osim u tehničkim mogućnostima samog mikrokontrolera, u tome da je Arduino sklop koji posjeduje više elektroničkih elemenata među koje spada i sam mikrokontroler, te je samo upravljanje i spajanje sa Arduinoom znatno jednostavnije u odnosu na industrijske mikrokontrolere.

Zbog toga što su izlazne analogne vrijednosti napona iz mjernog pretvornika tlaka jako male (0-100mV), pri izradi uređaja za mjerenje tlaka uz Arduino korišten je dodatni modul koji se sastoji od operacijskog pojačala napona te 16-bitnog analogno – digitalnog pretvarača (engl. *analog to digital converter*, ADC) u svrhu pojačanja izlaznog napona sa mjernog pretvornika te poboljšanja rezolucije mjerenja.

Cijeli proces se odvija na sljedeći način (Slika 3-4) : mjerni pretvornik tlaka spojen na izvor vanjskog napajanja pri promjeni tlaka šalje analogni signal (u obliku napona) prema modulu gdje se signal prvo pojačava te pretvara iz analognog u digitalni oblik nakon čega se signal dalje u digitalnom obliku prenosi na Arduino gdje je moguće izračunati konverziju u odgovarajuću vrijednost tlaka te se preko USB-a prenosi na računalo. Za vanjsko napajanje mjernog pretvornika korištena je baterija od 9 volti te je njen napon provjeravan multimetrom prije i nakon svakog mjerenja.



Slika 3-4 Prikaz uređaja za mjerenje tlaka

### 3.3. Računalni kod za čitanje informacija od senzora te prikaz i bilježenje na PC računalu

Kako bi se podaci dobiveni sa mjernog pretvornika tlaka mogli promatrati te bilježiti na računalu u realnom vremenu (*engl. logging*), bilo je potrebno izraditi aplikaciju u programskom jeziku Python.

Pri izradi aplikacije za čitanje informacija od senzora te njihov prikaz i bilježenje korišteni su , integrirano razvojno okruženje (*engl. integrated development environment, IDE*) Arduino platforme, te programski jezik *Python*. IDE Arduino platforme je korišteno kako bi se programirao sam mikrokontroler, čija zadaća je prihvati podataka sa senzora te njihovo dalje slanje na računalo putem USB-a. Kao što je već spomenuto Arduino IDE funkcionira na bazi programskog jezika C, tako da je i sama sintaksa pisanja koda slična.

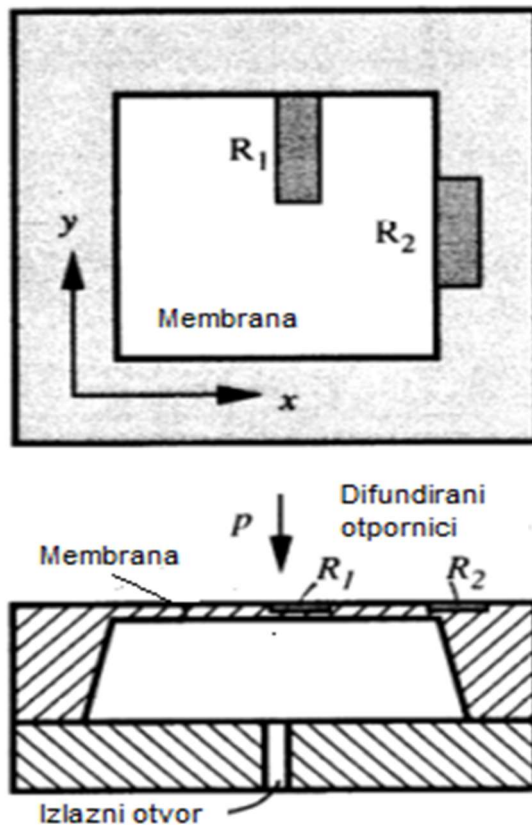
Python je programski jezik kojeg je 1990. godine stvorio Guido von Rossum (*Lutz i Ascher, 1999*). On spada u skupinu tzv. interpreterskih programskih jezika. Programi napisani u interpreterskom jeziku vrše se malo sporije u usporedbi s programima napisanim u kompajlerskim jezicima kao što su npr. C,C++ i slični. Glavna prednost *Pythona* kao programskog jezika je u jednostavnosti pisanja programa te raspoloživosti velike količine već postojećih alata i modula (*engl. library*), koji se mogu koristiti. Upravo iz tog razloga on uživa veliku popularnost kod korisnika, te se unatoč brzinskoj manjkavosti koristi u IT

industriji (ponajviše kao *backend* programski jezik). Osim IT industrije, Python je i u akademskoj zajednici uz MATLAB jedan od najpopularnijih programskih jezika današnjice. U svrhu izrade aplikacije, Python se u ovom konkretnom slučaju koristio za prihvatanje informacija sa serijskog porta računala. Manipulacijom i grafičkim prikazom istih, koristio se i za izradu jednostavnog grafičkog sučelja (engl. *graphical user interface, GUI*) kako bi se upravljanje aplikacijom pojednostavilo. Na taj način postalo je pristupačno i osobama bez ikakvog predznanja o korištenju programskog jezika Python.

### **3.4. Validacija mjerenja**

Pri izradi uređaja za mjerenje tlaka korišten je analogni silicijski mjerni pretvornik tlaka D5071-TB-A3-CA-H1-PA 5.0 bar G. To je mjerni pretvornik tlaka koji funkcionira na principu piezootporničkog efekta.

Piezootpornički efekt je svojstvo materijala da mijenja svoj specifični otpor pod utjecajem naprezanja. Sama osjetilna jedinica mjernog pretvornika se sastoji od silicijske membrane sa difundiranim otpornicima. Otpornici se pozicioniraju na mjesta na površini membrane koja se najviše deformiraju pod utjecajem tlaka (Slika 3-5) (Farden, 2010). Pošto su otpornici difundirani u membranu, naprezanje se savršeno prenosi s membrane na otpornik. Glavni nedostatak ovakvog tipa mjernog pretvornika tlaka je temperaturna osjetljivost, te je mjerenje potrebno izvoditi pri istim temperaturama pri kojima se senzor umjeravao, kako bi rezultati mjerenja bili što precizniji.



Slika 3-5 Shema membrane s difundiranim otpornicima (prilagođeno od Farden, 2010)

Specifikacije mjernog pretvornika tlaka D5071-TB-A3-CA-H1-PA (Slika 3-6) su sljedeće:

- Vrsta očitavanja tlaka : Manometarsko
- Maksimalno očitavanje tlaka : 5 Bar
- Točnost :  $\pm 0,4\%$
- Vrsta izlaznog signala : Analogni
- Mjereni mediji : Fluidi (plinovi i tekućine)
- Tip navoja procesne spojnice : G $\frac{1}{4}$
- Jačina izlaznog signala : 0 – 100mV
- Vrijeme odziva : 10 ms
- Maksimalna struja : 3mA
- Potrebno napajanje : 7-12 V
- Vrsta izlazne konekcije : DIN43650 Tip A
- Kućište od nehrđajućeg čelika



*Slika 3-6 Mjerni pretvornik tlaka*

Kako bi pretvorba vrijednosti napona u pripadne vrijednosti tlaka bila moguća, potrebno je poznavati funkcijsku povezanost tih vrijednosti. U ovome slučaju ta informacija je dostupna u detaljnim specifikacijama senzora koje je izdao proizvođač. U specifikacijama je navedeno kako je mjerni pretvornik pri izradi lineariziran. Uz tu informaciju navedena je i ovisnost veličine izlazne vrijednosti napona s mjernog pretvornika o ulaznoj vrijednosti napona koji dolazi s napajanja. Ta ovisnost se manifestira na slijedeći način. Pri napajanju od 10V te tlaku od 5 bara, vrijednost izlaznog napona koju daje mjerni pretvornik je 100mV uz linearnost 10mV/V. Analogno tome, pri napajanju od 9V te tlaku od 5 Bara, vrijednost izlaznog napona koju daje mjerni pretvornik je 90mV uz linearnost 9mV/V.

Uz poznavanje navedenih informacija bilo je potrebno pronaći jednadžbu pravca koja opisuje pretvorbu vrijednosti napona u vrijednosti tlaka. Obzirom na to da je poznata veličina napona pri tlaku od 5 bara, bilo je potrebno pronaći još nekoliko karakterističnih vrijednosti napona pri različitim tlakovima te konstruirati jednadžbu pravca koja prolazi tim vrijednostima. Za potrebe pronalaska tih vrijednosti, korišten je najprecizniji mehanički manometar u Laboratoriju za rutinske i specijalne analize ležišnih stijena, Rudarsko-geološko-naftnog fakulteta.

Sam postupak umjeravanja odvijao se tako da je manometar spojen na isti vod kao i analogni mjerni pretvornik tlaka (Slika 3-7), te je na taj vod spojena i boca s dušikom. Za vrijeme puštanja plina iz boce, bilježene su vrijednosti napona s mjernog pretvornika tlaka u skladu s

pripadajućim vrijednostima tlaka očitanim na manometru. Nakon bilježenja vrijednosti konstruirana je odgovarajuća jednadžba pravca. Mjerene vrijednosti tlaka na analognom mjernom pretvorniku tlaka provjerene su još jednim paralelnim mjerenjem mehaničkim manometrom. Zabilježene vrijednosti na oba mjerna pretvornika poklapale su se besprijekorno. Cijeli postupak umjeravanja ponovljen još jednom u prostorijama Laboratorija za petrofizikalna ispitivanja naftne kompanije INA, te je kao referenca za umjeravanje korišten umjeren pretvornik točnosti 0.1 mbar. Navedeni manometar je redovito umjeravan uz pomoć etalonskog manometra. Vrijednosti tlaka očitane nakon umjeravanja su se i ovoga puta besprijekorno poklapale s referentnim manometrom.

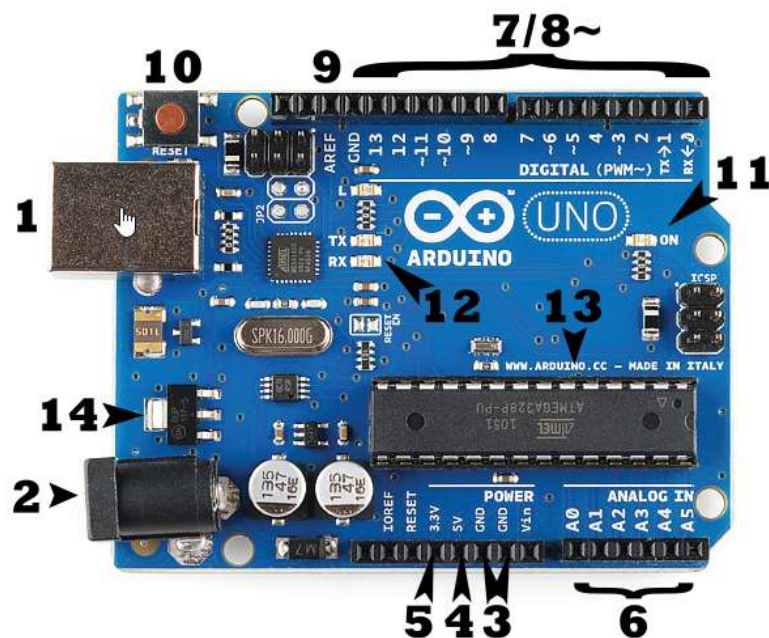


*Slika 3-7 Mjerni pretvornik tlaka korišten prilikom umjeravanja INA-i*

Dijelovi Arduino sklopu ([Slika 3-8](#)):

- 1 – Konekcija za USB, koja služi kao napajanje i učitavanje programa napisanih u IDE-u na Arduino sklop,
- 2 – ulaz za napajanje putem adaptera (engl. *barrel jack connector*) za napajanje Arduina u situacijama kada nije potrebno spajati Arduino na računalo,

- 3 – GND pinovi koji služe kao uzemljenje za dodatne elektroničke elemente koji se spajaju na Arduino,
- 4 – 5V pin koji služi za napajanje elektroničkih komponenti koje se spajaju na Arduino (u ovom slučaju ADS1115 modula),
- 5 – 3.3 V pin koji služi za napajanje komponenti kojima je 5V prevelika voltaža,
- 6 - pinovi (A0 – A5): analogni ulazi,
- 7/8~ - pinovi (0 – 13) koji služe kao digitalni ulazi/izlazi, uz neke pinove (3, 5, 6, 9, 10, 11) postoji znak tilda(~) sto implicira da se ti pinovi osim digitalnog ulaza/izlaza mogu koristiti i za modulaciju širine impulsa(*engl. pulse width modulation, PWM*),
- 9 – Pin za analogno referiranje( *engl. Analog refrence , AREF*) koji služi za postavljanje vanjskog referentnog napona kao gornje granice za analogne ulaze,
- 10 – Gumb koji služi za resetiranje koda koji je učitana na Arduino,
- 11 – LED svjetiljka koja označava kada je Arduino priključen na izvor napajanja i u funkciji,
- 12 – LED svjetiljke koje označavaju da Arduino prima ili šalje podatke , TR (*engl. transmit* ) svjetiljka označava da je u toku slanje dok RX (*engl. receive*) svjetiljka označava da je u toku primanje podataka,
- 13 – mikrokontroler tipa *Atmega328*,
- 14 – Regulator napona koji kontrolira količinu napona koja dolazi do Arduino sklopa sa napajanja.

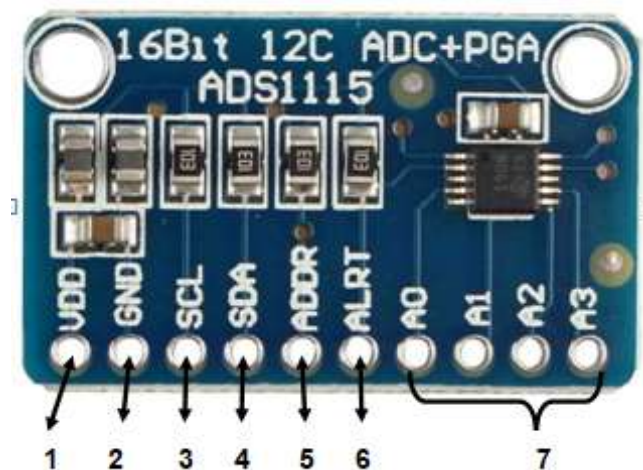


Slika 3-8Arduino sklop (preuzeto sa [learn.sparkfun.com](http://learn.sparkfun.com), 2018)



Korišten je ADS1115 modul (Slika 3-9) koji uključuje operacijsko pojačalo napona i 16-bitni analogno digitalni pretvarač, te njegove ulaze i izlaze:

- 1 – ulaz za napajanje modula,
- 2 – ulaz za uzemljenje modula,
- 3 – linija serijskog vremena (engl. *Serial clock line, SCL*) koristi se za prijenos takta,
- 4 – linija serijskih podataka (engl. *serial data line, SDA*) - njena zadaća je primanje i slanje podataka,
- 5 - adresna linija koja služi za adresiranje u slučaju komunikacije sa više različitih komponenti,
- 6 – komparator napona, koristi se za provjeru da li je napon dostigao neku prije definiranu vrijednost,
- 7 – analogni ulazi , mogu se koristiti kao četiri zasebna ulaza ili kao dva para diferencijalnih ulaza



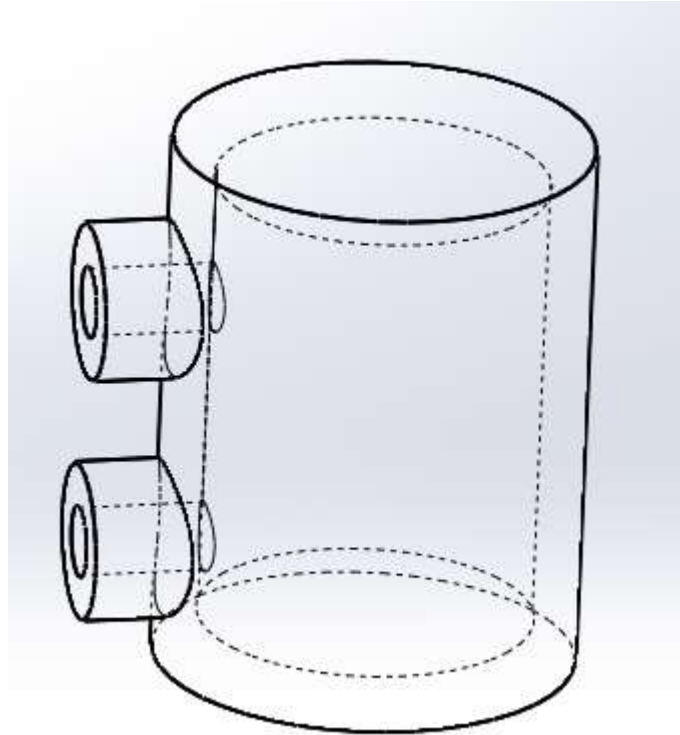
Slika 3-9 Dijelovi ADS1115 modula (prilagođeno sa [adafruit.com](http://adafruit.com), 2018)

Komunikacija između ADS1115 modula i Arduinase odvija putem I<sup>2</sup>C sabirnica (engl. *inter integrated circuit, IIC*). I<sup>2</sup>C je besplatan standard koji omogućava komunikaciju više komponenata spojenih putem dvije linije, SDA i SCL. Linije SDA i SCL se spajaju na napajanje preko priteznog otpornika (engl. *pull up resistor*).

Jedan od glavnih zahtjeva za mjerenje propusnosti uz poznavanje početnog i konačnog tlaka, viskoznosti plina za koji se mjeri propusnost te geometrijskih veličina uzorka, je poznavanje početnog volumena plina. Stoga je potrebno imati posebni spremnik s plinom

poznatog volumena koji će imati ulaz s ventilom za dovod plina u sam spremnik, te izlaz kojim će spremnik biti spojen s držačem jezgre.

Postojeća oprema Laboratorija za rutinske i specijalne analize ležišnih stijena Rudarsko-geološko-naftnog fakulteta uključuje i jedan takav cilindrični metalni spremnik. Zbog toga što veličina uzorka na kojem se izvodi mjerenje direktno utječe na veličinu volumena spremnika, javlja se potreba za više spremnika raznih volumena. Uz to što je izrada takvih cilindričnih metalnih spremnika relativno dugotrajan i skup proces, takvi metalni spremnici imaju ograničenja da se mjerenja mogu izvoditi samo s ne korozivnim plinovima (dušik, zrak itd.), ukoliko se ne želi oštetiti spremnik. Prilikom analize tog problema, zbog ekonomičnosti, brzine i funkcionalnosti došlo se do zaključka kako je najbolja opcija za izradu spremnika metodom aditivne proizvodnje (engl. *additive manufacturing, AM*). To je metoda u široj javnosti poznatija pod nazivom tehnologija 3D ispisa ili „3D-printanje“ spada u proizvodno strojarstvo i bavi se izradom predmeta nanošenjem čestica u slojevima (sloj po sloj). Aditivnom proizvodnjom moguće je izraditi proizvode složene geometrije koje konvencionalnim tehnikama nije moguće izraditi (npr. glodanje i tokarenje). Složeni 3D proces izgradnje pojednostavljuje se pretvaranjem u 2D slojeve koji se izrađuju i slažu zajedno, nakon čega tvore 3D tvorevinu (Cooper, 2003). Prototip proizvoda izrađuje se računalom potpomognutim oblikovanjem (engl. *computer aided design, CAD*) u nekom od 3D programskih paketa (Catia, Solidworks, FreeCAD, SketchUp i dr.) te se izrađeni 3D model sprema u STL datoteku (engl. *standard tessellation language*), koja model prikazuje kao mrežu povezanih trokuta i prebacuje se na 3D pisač (Slika 3-10). Aditivna proizvodnja može se podijeliti s obzirom na vrstu materijala na one koje koriste kapljevite materijale (npr. epoksidne i akrilne smole), krute (npr. polipropilen i akrilonitril/butadien/stiren) i materijale u obliku praha (npr. poliamid) (Godec i dr., 2015).



*Slika 3-10 Prototip spremnika nacrtan u CAD software-u*

Ispis spremnika putem 3D tehnologije omogućava veliku fleksibilnost u odabiru veličine spremnika, te mogućnost odabira više materijala (polimera) primjerenih za korištenje u različitim uvjetima tlaka. Dodatna je pogodnost, nepodložnost polimera koroziji, te se sukladno tome povećava spektar plinova koji se mogu koristiti za mjerenje. Printanje dijelova s takvom specifičnom svrhom nije još detaljno istraženo. Zbog toga je prije konačnog odabira spremnika dizajnirano više prototipova spremnika koji su isprintani i testirani (Slika 3-11, Slika 3-12). Dva glavna uvjeta koja su spremnici morali zadovoljiti su mogućnost rada pod tlakom od 2 bara bez ispuštanja plina, te brtvljenje na spojevima s vodovima za dovod i odvod plina.

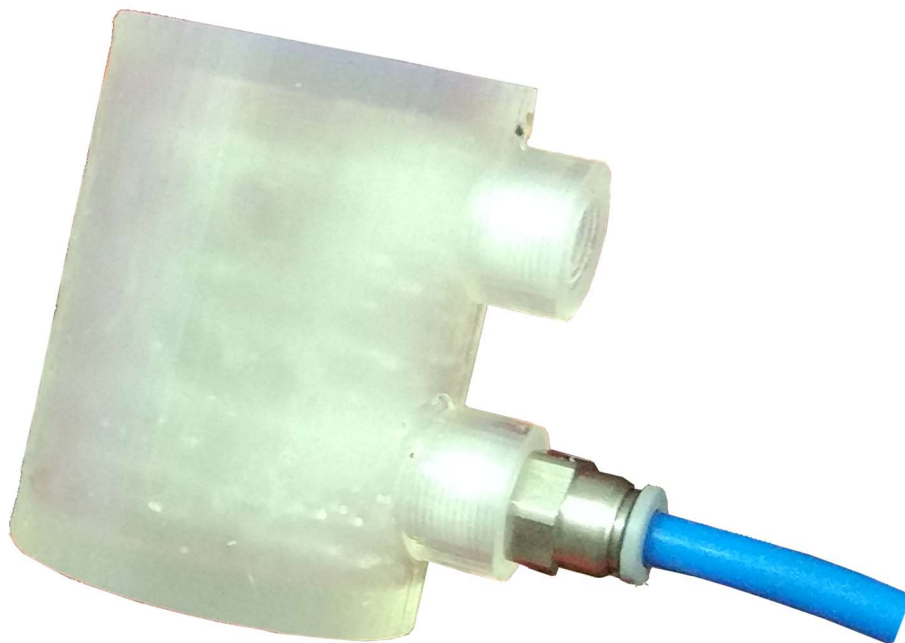


*Slika 3-11 Prvi model spremnika*



*Slika 3-12 Drugi model spremnika*

Nakon nekoliko testiranja došlo se do zadovoljavajuće konstrukcije spremnika i tipa materijala od kojeg je napravljen (Slika 3-13).



*Slika 3-13 Spremnik korišten pri mjerenju propusnosti metodom padajućeg tlaka*

Model koji je zadovoljio oba potrebna uvijeta, proizveden je stereolitografskim 3D pisačem (Slika 3-12). Stereolitografija je tehnologija koja radi na principu da se jedan sloj dobiva očvršćivanjem fotoosjetljive smole pomoću lasera. Stereolitografijom se dobivaju predmeti s glađom površinom i finijim detaljima u odnosu na predmetne izrađene proizvodnjom rastaljenim polimerom. Posuda pisača napunjena je fotoosjetljivom smolom i obložena zaštitnom komorom koja sprječava prodiranje ultraljubičastog (engl. *ultraviolet*, UV) zračenja iz prostorije. Laserom se crtaju konture u x-y smjeru čineći jedan sloj. Nakon završetka jednog sloja platforma s djelomično izrađenim predmetom se diže u smjeru z osi za visinu debljine sloja (*Ehrfeld i dr.*, 2000)

Fotoosjetljiva smola korištena za izradu stereolitografijom:

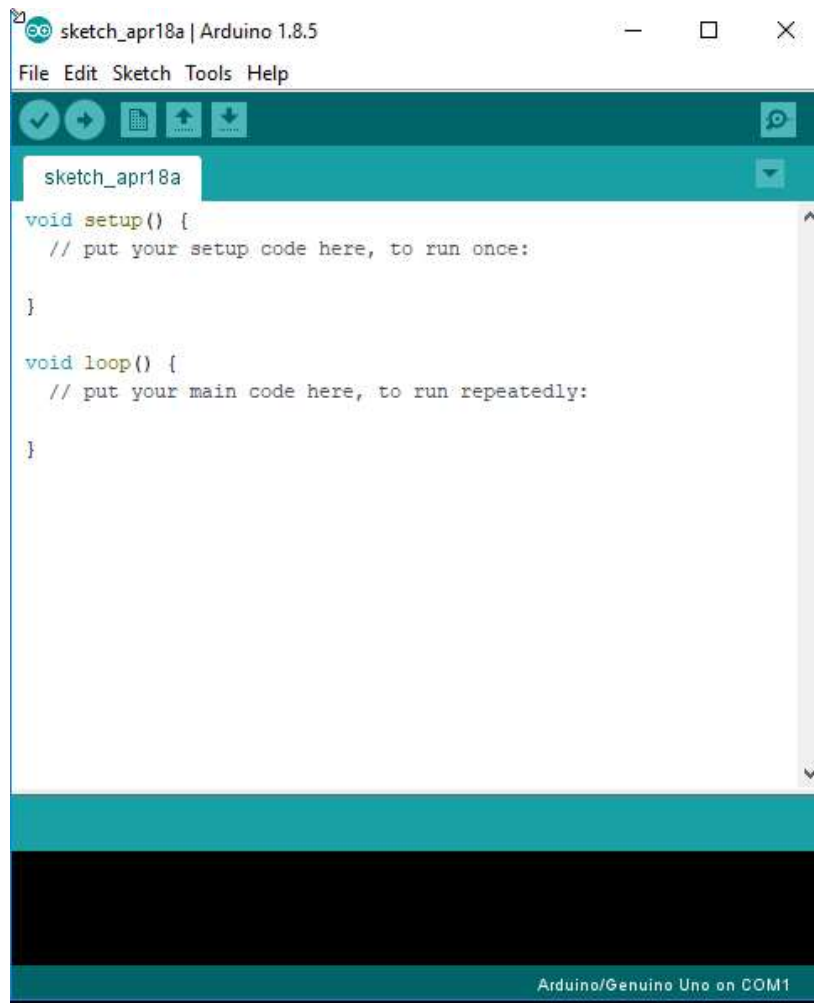
- *Clear Resin V2 (GPCL02), Formlabs, SAD*, na osnovi poliakrilata



Slika 3-14 Stereolitografski 3D pisac

Kod za prihvat i obradu podataka sa mjernog pretvornika tlaka sastoji se od dva dijela. Prvi dio se odnosi na kod napisan u Arduino *IDE* sučelju (Slika 3-15). On kao što je već spomenuto služi za prijenos podataka do *ADS1115* modula, nakon njegove analogno/digitalne pretvorbe i pojačanja i daljnjeg prijenosa podataka do samog Arduina. Kod kao takav predstavlja naredbe koje se moraju izvršiti, kako bi se taj proces uspješno izvodio. Uz standardni Arduino IDE korišteni su moduli (engl. *library*):

- Wire.h – standardni modul koji omogućava korištenje I<sup>2</sup>C sabirnica za komunikaciju raznih vrsta uređaja spojenih sa Arduino sklopom (arduino.cc, 2018)
- Adafruit\_ADS1015.h – modul koji omogućava upravljanjem *ASD1115* modulom tj. omogućava odabir veličine pojačanja signala koji sa senzora dolazi u pojačalo (github.com, 2018)



Slika 3-15 Prikaz Arduino IDE sučelja

Kako bi se osigurao dovoljan broj znamenki pri prikazu tlaka na računalu, bilo je potrebno odabrati najveće pojačanje signala koje *ADS1115* može izvesti. U tu svrhu korištena je naredba *ads.setGain(GAIN\_SIXTEEN)*. Naredba nalaže pojačalu da ulazni signal s mjernog pretvornika u području od 0-100mV, uskladi s područjem od -0.256V do 0.256V, gdje 1bit odgovara naponu od 0.0078125mV. To znači da se za opis cijelog područja raspolaže s  $2^{16}$  podjela. Budući da korišteni mjerni pretvornik šalje samo pozitivan signal, to područje je upola manje i dostupno je  $2^{15}$  podjela. Drugim riječima, uz najveće pojačanje signala područje mjerenja od 0 do 5 bara se može opisati s 32768 podjela.

```

// ads.setGain(GAIN_TWOTHIRDS); // 2/3x gain +/- 6.144V 1 bit = 3mV 0.1875mV (default)
// ads.setGain(GAIN_ONE); // 1x gain +/- 4.096V 1 bit = 2mV 0.125mV
// ads.setGain(GAIN_TWO); // 2x gain +/- 2.048V 1 bit = 1mV 0.0625mV
// ads.setGain(GAIN_FOUR); // 4x gain +/- 1.024V 1 bit = 0.5mV 0.03125mV
// ads.setGain(GAIN_EIGHT); // 8x gain +/- 0.512V 1 bit = 0.25mV 0.015625mV
ads.setGain(GAIN_SIXTEEN); // 16x gain +/- 0.256V 1 bit = 0.125mV 0.0078125mV

```

*Slika 3-16 Prikaz mogućih vrsta pojačanja analognog signala (preuzeto sa [learn.adafruit.com](http://learn.adafruit.com), 2018)*

Sljedeća naredba `ads.readADC_Differential_0_1()`, varijabli kojoj je pridružena (u ovom slučaju varijabla naziva `results`) dodjeljuje digitalnu vrijednost izlaznog signala s `ADS1115` modula .

```
results = ads.readADC_Differential_0_1();
```

*Slika 3-17 Varijabla s pojačanim vrijednostima napona (preuzeto sa [learn.adafruit.com](http://learn.adafruit.com), 2018)*

Vrijednost varijable `results` se naredbom `Serial.print()` pomoću USB-a šalje na računalo, te ispisuje.

Drugi dio koda napisan u programskome jeziku *Python* odnosi se na izradu aplikacije koja služi za prihvatanje digitalnih vrijednosti napona sa serijskog porta računala, pretvorbu istih u vrijednosti tlaka, te njihov grafički prikaz i pohranjivanje.

Pri izradi aplikacije *Logger* korišteni su sljedeći moduli:

- `Serial` – služi za uspostavu komunikacije sa serijskim portom ([pythonhosted.org](http://pythonhosted.org), 2018)
- `Numpy` – standardni modul koji sadrži razne matematičke alate ([numpy.org](http://numpy.org), 2018)
- `Pandas` – omogućava za pohranu podatka u `.xls` i `.csv` formatu ([pandas.pydata.org](http://pandas.pydata.org), 2018)
- `Matplotlib` – služi za crtanje grafova i dijagrama ([matplotlib.org](http://matplotlib.org), 2018)
- `Drawnow` – služi za prikaz dijagrama u realnom vremenu ([github.com](http://github.com), 2018)
- `Time` – omogućava bilježenje vremena ([docs.python.org](http://docs.python.org), 2018)
- `Datetime` – omogućava bilježenje datuma ([docs.python.org](http://docs.python.org), 2018)
- `Tkinter` – olakšava izradu grafičkog sučelja ([docs.python.org](http://docs.python.org), 2018)



```
PandasLogger.py - C:\Users\Mislav\Desktop\PandasLogger.py (3.6.5)
File Edit Format Run Options Window Help

Tlak = []
Vrijeme = []
Datum = []
Voltaza = []
kor_tlak = []
arduinoData = serial.Serial ('COM1', 115200, timeout = 0.1)
plt.ion()
cnt=0
mjerenje=0
def uexcel():
    pl = pd.DataFrame(np.column_stack([Tlak, Vrijeme]),
                      columns=['Tlak[Bar]', 'Vrijeme[s]'])
    writer = pd.ExcelWriter('Mjerenje.xlsx')
    pl.to_excel(writer, 'Sheet1', index=False)
    writer.save()
def ucsv():
    pl = pd.DataFrame(np.column_stack([Tlak, Vrijeme]),
                      columns=['Tlak[Bar]', 'Vrijeme[s]'])
    pl.to_csv("Mjerenje.csv", index=False)
def graf():
    plt.plot(Tlak, Vrijeme, 'g--', label='[bar]')
    plt.ylim(0,5)
    plt.title('GRAF')
    plt.grid(True)
    plt.ylabel('tlak')
    plt.xlabel('vrijeme')
    plt.legend(loc='upper left')

start=time.time()
while True:
    while (arduinoData.inWaiting()==0):
        pass
    arduinoString = arduinoData.readline()

Ln: 9 Col: 9
```

Slika 3-18 Prikaz dijela koda za prihvatanje i obradu podataka u programskom jeziku Python

Za prihvatanje informacija sa serijskog porta potrebno je prvo uspostaviti komunikaciju. To se izvodi naredbom *serial.Serial()*, koja uz uspostavu komunikacije omogućava odabir porta s kojim se komunikacija uspostavlja, te brzinu prijenosa podataka (engl. *baudrate*). U ovom slučaju dotični port je *COM1* uz *baudrate* od 115200.

Nakon toga se unutar beskonačne *while* petlje odvija sljedeći proces: Digitalne vrijednosti napona primljene sa serijskog porta se pridružuju varijabli *ArduinoString*. Dalje se

pretvaraju iz vrijednosti napona u vrijednost tlaka, te se kao takve pohranjuju unutar liste *Tlak*. Paralelno s pretvaranjem i pohranjivanjem vrijednosti tlaka u listu *Vrijeme* se sprema podatak o točnom vremenu u kojem se svaka vrijednost tlaka pohranila. Mjerenje vremena omogućava naredba *time.time()*. Tijekom cijelog procesa mjerenja, u relanom vremenu se grafički prikazuje ovisnosti tlaka o vremenu. Kada se vrijednost tlaka izjednači s vrijednošću atmosferskog tlaka petlja se prekida, te se mjerenje obustavlja. Kada je mjerenje završilo, vrijednosti liste *Tlak* i liste *Vrijeme* se pomoću modula *Pandas* pohranjuju u datoteke *.xls* i *.csv* formata i naziva *Mjerenje.xls* li *Mjerenje.csv*. Daljnja obrada podatka vrši se u programu *Excel* koji je dio programskog paketa *MS Office*. U svrhu pojednostavljenja upotrebe same aplikacije, pomoću modula *Tkinter* je napravljeno vrlo jednostavno grafičko sučelje koje radi na sljedeći način. Nakon pokretanja aplikacije se klikom mišem na tipku *Start* pokreće mjerenje. Kada je mjerenje završilo moguće je proizvoljno odabrati način pohranjivanja podataka klikom na jednu od tipki *Spremi kao .xls* ili *Spremi kao .csv*.



Slika 3-19 Jednostavno grafičko sučelje

## 4. Rezultati

### 4.1. Rezultati umjeravanja mjernog pretvornika

Postupak umjeravanja mjernog pretvornika u INA-inom laboratoriju je sljedeći. Oba mjerna pretvornika su spojena na isti vod. Kroz vod je tada pušten plin te očitavan tlak s referentnog pretvornika i voltaža sa pretvornika kojeg se umjeravalo. Očitane su vrijednosti napona pri Tlaku od 0 mbar i 4999.2 mbar.

*Tabela 1-1 Vrijednosti napona u karakterističnim točkama tlaka*

$P_{ref}$ mBar	$U_{pretvornik}$ mV
0	-143
4999.2	11420

Pomoću tih vrijednosti izračunat je iznos tlaka koji daje 1mV napona. Taj iznos je 0.432345mBar. Obzirom na to da je vrijednost napona pri tlaku od 0 mbar negativna , te je jednadžba pretvorbe linearna, ona predstavlja odsječak na osi Y.

$$P(U) = 0.432345 \times U + 61.82527$$

4.1

Gdje je:

$P$  – vrijednost tlaka [mbar]

$U$  – vrijednost napona [mV]

Jednadžba (1) predstavlja jednadžbu pretvorbe vrijednosti napona u vrijednosti tlaka pri veličini napona napajanja mjernog pretvornika od 9.4 V.

#### 4.2. Određivanje volumena metalnog spremnika

Zbog velike mase metalnog spremnika, određivanje njegovog volumena volumetrijskom metodom nije bilo moguće. Volumen spremnika je određen mjerenjem visine i promjera spremnika. Nakon toga izračunata je površina poprečnog presjeka i pomnožena s visinom kako bi se dobio volumen.

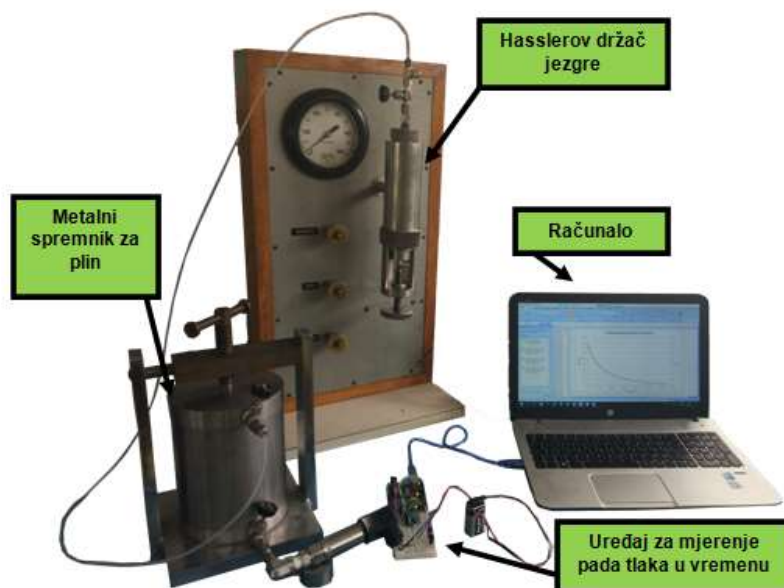
Izračunati volumen spremnika iznosi  $1.868177 \text{ dm}^3$ .

#### 4.3. Određivanje volumena isprintanog spremnika

Volumen spremnika proizvedenog 3D print tehnologijom određen je korištenjem gravimetrijske metode. Spremnik je izvagan na preciznoj vagi te zatim napunjen s vodom i ponovno izvagan. Nakon određivanja mase spremnika i vode izračunat je volumen spremnika koji iznosi  $0.06766 \text{ dm}^3$

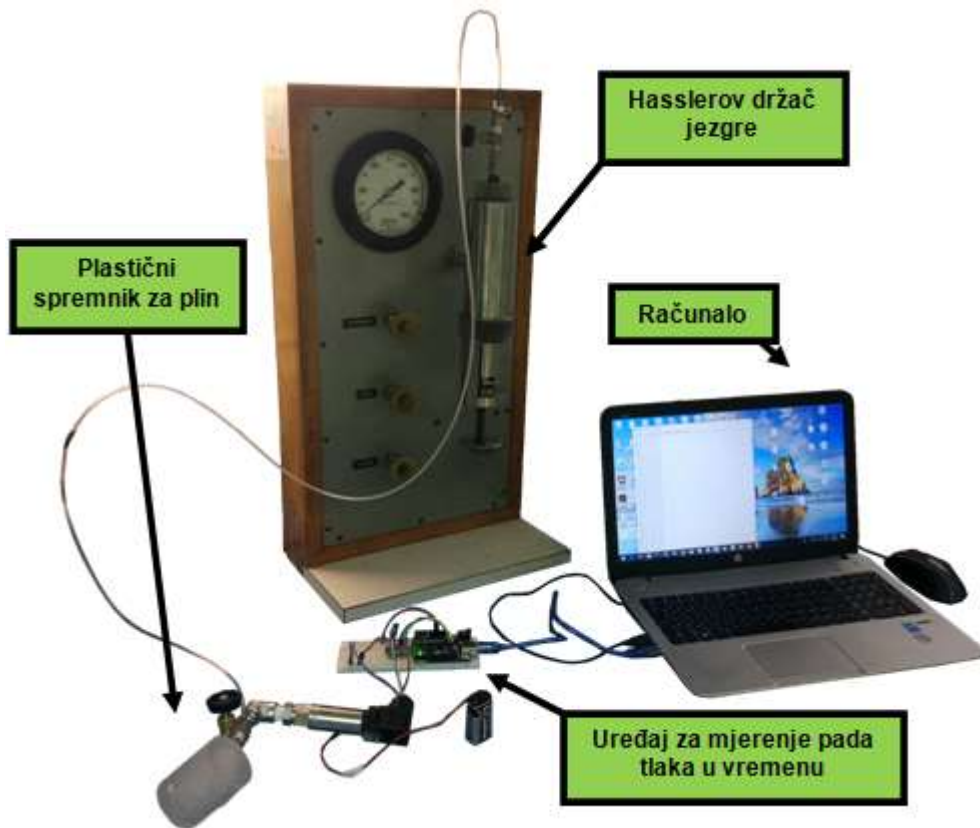
#### 4.4. Metoda padajućeg tlaka

Mjerenja metodom padajućeg tlaka izvedena su u Laboratoriju za rutinske i specijalne analize ležišnih stijena na RGN fakultetu. Aparatura korištena tokom mjerenja uključuje već spomenute uređaje.



Slika 4-1 Uređaji za mjerenje

Obzirom na činjenicu da je volumen metalnog spremnika višestruko veći od volumena uzorka, za mjerenje je korišten manji spremnik.



Slika 4-2 Mjerenje malim spremnikom

Izmjereni uzorci su (Slika 4-1, Slika 4-2) sa naftnog polja Kalinovac.



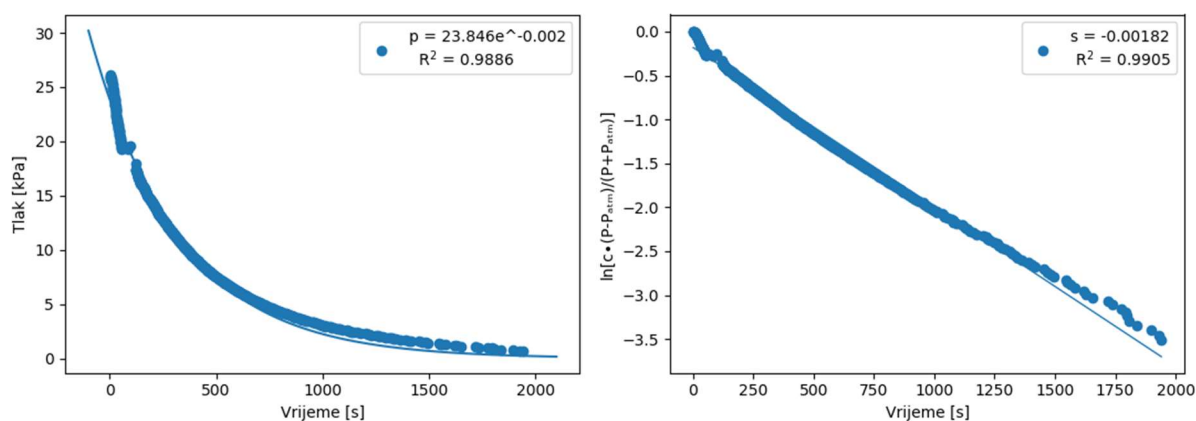
Slika 4-3 Uzorak 1  $d = 3.75 \text{ cm}$ ,  $h = 8.77 \text{ cm}$



Slika 4-4 Uzorak 2 , $d = 3.75 \text{ cm}$ ,  $h = 4.77 \text{ cm}$

Specifičnost tih uzoraka je da su oni prema mjerenjima konvencionalnom metodom mjerenja propusnosti, apsolutno nepropusni.

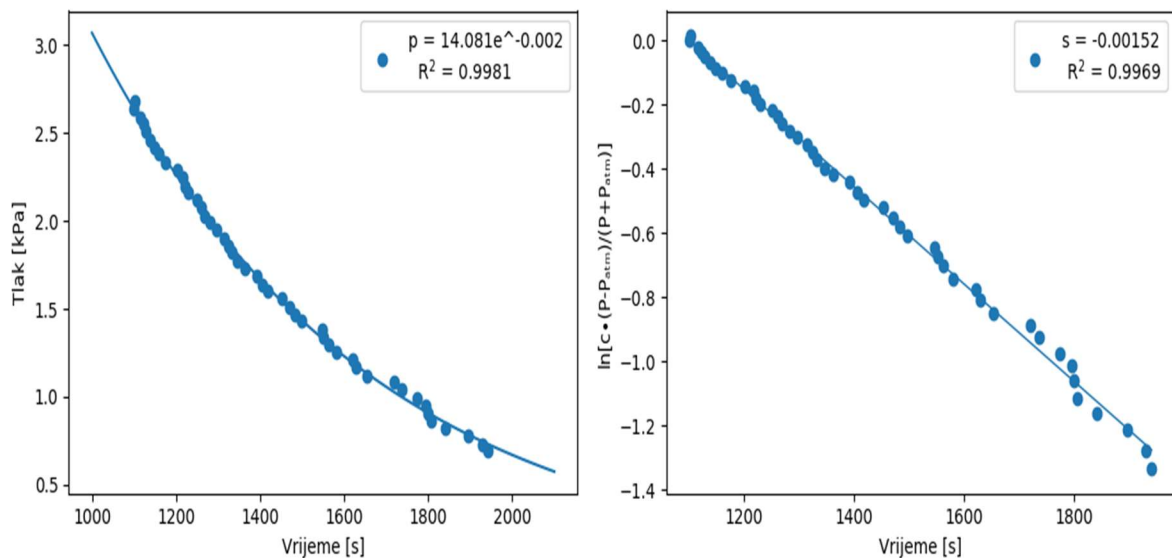
Postupak mjerenja se odvijao na sljedeći način. Spremnik je napunjen do tlaka 26 kPa , nakon toga spremnik je spojen na Hasslerov držač jezgre. Nakon spajanja na držač jezgre na spremniku se otvara ventil te tlak počinje padati. Nakon što je tlak pao na 0.5 kPa mjerenje se obustavlja. Izmjereni podatci ovisnosti tlaka o vremenu i ln funkcije o vremenu prikazani su grafički (Slika 4-1) s pripadnim regresijama.



Slika 4-5 Grafički prikaz cijelog mjerenja i pripadne ln funkcije

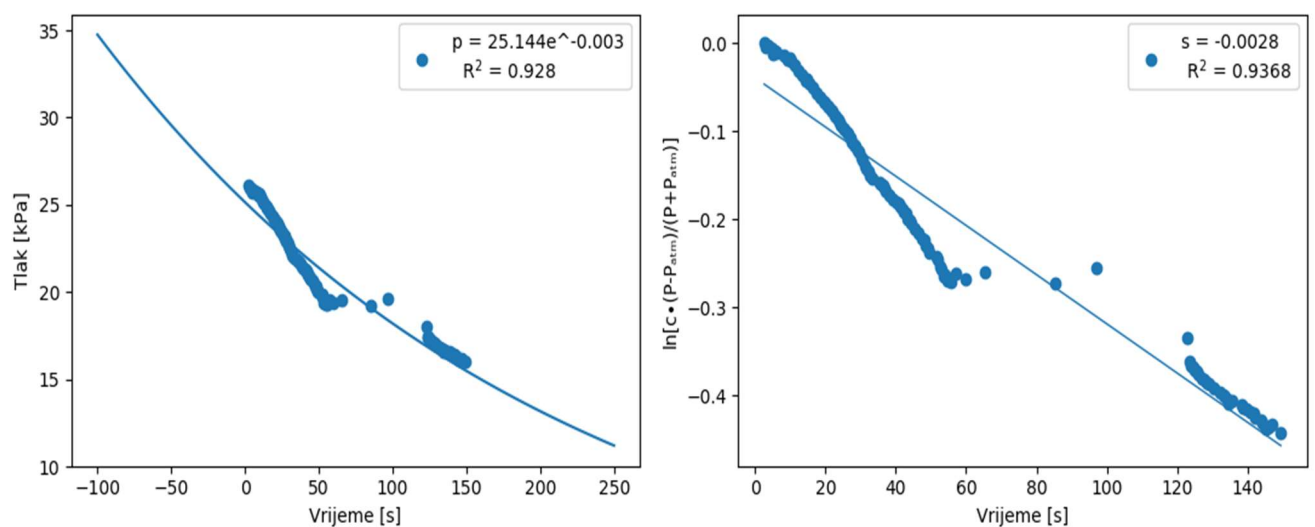
Iz slike je vidljivo kako krivulja tlaka ima prekid te da postoji određeno odstupanje od krivulje regresije kod obje krivulje. Razlog tome je što prikazuje cjelokupno vrijeme rada uređaja za mjerenje tlaka, a to uključuje i vrijeme u kojem su se obavljale radnje punjenja spremnika,

spajanja s držačem te otvaranja ventila. Kako bi rezultati bili relevantni potrebno je prvo odrediti stvarni početak mjerenja. Za lakšu analizu u Pythonu je isprogramirana skripta koja omogućava biranje vremenskog intervala za gledanje krivulja te izračun propusnosti za taj interval. Nakon što je određen željeni interval (Slika 4-2), potrebno je proučiti odstupanje ln krivulje od pravca linearne regresije. Taj pravac omogućava vizualnu provjeru odstupanja te samim time i procjenu relevantnosti izračunate propusnosti.



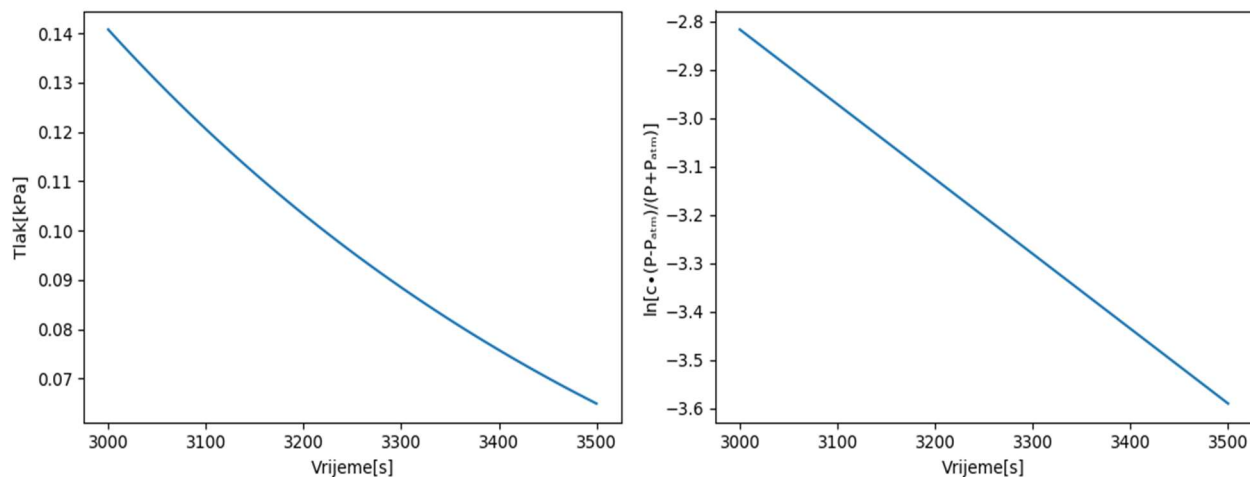
Slika 4-6 Grafički prikaz ovisnosti tlaka o vremenu i ln funkcije o vremenu uz pripadne regresije

Odabir intervala je sukcesivan od većih prema manjim tlakovima. Te se za svaki interval bilježi tlak, propusnost te koeficijent pouzdanosti ( $R^2$ ). (Slika 4-3) prikazuje primjer intervala koji nije relevantan za mjerenje.



Slika 4-7 Prikaz intervala sa velikim odstupanjem od krivulje regresije

Uz već prikazane podatke program za obradu podataka i ekstrapolira krivulju pada tlaka i ln krivulju in odabranog intervala prema atmosferskom tlaku (Slika 4-7).



Slika 4-8 Ekstrapolirana krivulja tlaka i ln krivulja

Izmjerene propusnosti za svaki interval tlaka su bilježene te pohranjivane u tablice. Zabilježene vrijednosti tlaka i propusnosti dobivene mjerenjem uzorka 1 nalaze se u tablici (Tablica 4-1)

<i>d</i>	<i>h</i>	<i>A</i>	<i>V</i> <sub>uzorak</sub>	<i>V</i> <sub>spremnik</sub>
<i>cm</i>	<i>cm</i>	<i>cm</i> <sup>2</sup>	<i>cm</i> <sup>3</sup>	<i>cm</i> <sup>3</sup>
<b>3.75</b>	<b>8.77</b>	<b>11.04</b>	<b>96.86</b>	<b>67.66</b>

Tablica 4-1 Tablica sa vrijednostima mjerenja uzorka 1

<i>P</i> <sub>početni(g)</sub>	<i>P</i> <sub>atmosferski</sub>	<i>k</i>
<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>mD</i>
<b>26</b>	101.325	1.08
<b>14.5</b>	101.325	1.01
<b>9.3</b>	101.325	0.97
<b>6.3</b>	101.325	0.93
<b>4.4</b>	101.325	0.91
<b>3.14</b>	101.325	0.9
<b>2.4</b>	101.325	0.91
<b>1.7</b>	101.325	0.92
<b>1.3</b>	101.325	1
<b>0.95</b>	101.325	1.06



Zabilježene vrijednosti tlaka i propusnosti dobivene mjerenjem uzorka 2 nalaze se u tablici (Tablica 4-2)

Tablica 4-2 Tablica sa vrijednostima mjerenja uzorka 2

<b><i>d</i></b>	<b><i>h</i></b>	<b><i>A</i></b>	<b><i>V</i><sub>uzorak</sub></b>	<b><i>V</i><sub>spremnik</sub></b>
<b><i>cm</i></b>	<b><i>cm</i></b>	<b><i>cm</i><sup>2</sup></b>	<b><i>cm</i><sup>3</sup></b>	<b><i>cm</i><sup>3</sup></b>
<b>3.75</b>	<b>4.77</b>	<b>11.04</b>	<b>52.68</b>	<b>67.66</b>

<b><i>P</i><sub>početni(g)</sub></b>	<b><i>P</i><sub>atmosferski</sub></b>	<b><i>k</i></b>
<b><i>kPa</i></b>	<b><i>kPa</i></b>	<b><i>mD</i></b>
<b>3.3</b>	101.325	3.84
<b>2.7</b>	101.325	3.76
<b>2.27</b>	101.325	3.75
<b>1.95</b>	101.325	3.75
<b>1.2</b>	101.325	3.71
<b>0.98</b>	101.325	3.79

## 5. Zaključci

Ispunjeni su svi prvotno zadani ciljevi: izrada i validacija metode proračuna koeficijenta propusnosti iz podataka pada tlaka u vremenu, izrada sustava za prihvata podataka – Arduino kontrolera koji će biti pravilno spojen na senzor tlaka, izrada adekvatnog računalnog koda za prihvata i zapis podataka te su izmjerene propusnosti na tri uzorka i uspoređene s rezultatima mjerenim aparaturom za rutinsko mjerenje propusnosti stijene.

Tako je uspostavljena inovativna metoda mjerenja propusnosti metodom padajućeg tlaka, kojom se mogu izmjeriti precizne vrijednosti propusnosti, čime je potvrđena temeljna hipoteza rada.

Preciznost ponajviše ovisi o mjernom pretvorniku tlaka i njegovoj preciznosti pri vrijednostima tlakova u području oko atmosferskoga tlaka. Metoda je iznimno korisna za mjerenje uzoraka slabe i ekstremno slabe propusnosti, koja se jako teško može odrediti nekom drugom metodom, a u nekim slučajevima (ekstremno nepropusni uzorci) određivanje propusnosti konvencionalnim metodama nije moguće. Primjenom novih tehnologija 3D printanja, kao što je aditivna proizvodnja proces mjerenja se može još bolje optimirati u smislu vremena potrebnog za izvođenje mjerenja. Eventualna propusnost sustava vodova i ventila pokazala se kao zanemariva pošto se mjerenja izvode na vrlo malim tlakovima (tlak prije otvaranja ventila prije jezgre ni najmanje ne pada u dugom periodu testiranja).

Rezultati nadopunjuju pretpostavku da će se s povećanjem početnog tlaka mjerenja pojaviti sve veća odstupanja gradijenta promjene tlaka u vremenu od linearne kako je pretpostavljeno matematičkim modelom. S druge strane, sam matematički model je postavljen tako da svako malo odstupanje u točnosti mjerenja gradijenta promjene tlaka u vremenu u neposredno blizini atmosferskog tlaka daje pogrešne vrijednosti. Nabavkom još preciznijeg mjernog pretvornika tlaka te svođenjem elektromagnetskih smetnji i šumova na minimum propusnost bi se mogla mjeriti u bar red veličine većoj točnosti nego mjerenja rutinskim metodama i to u svim rasponima propusnosti. Samom automatizacijom mjerenje je puno jednostavnije izvoditi te ovaj prototip aparature predstavlja primjer mogućih poboljšanja u odnosu na trenutnu aparaturu za mjerenje rutinskom metodom na ekonomičan način, osobito kada se koristi Arduino mikrokontroler. Mjerenje ekstremno nepropusnih uzoraka može trajati satima, čak i pri jako malim početnim tlakovima te automatsko prikupljanje podataka omogućava obavljanje mjerenja bez nadzora.



## 6. Popis literature

1. Barral, C., Oxarango, L. and Pierson, P., 2010. Characterizing the gas permeability of natural and synthetic materials. *Transport in Porous Media*, 81(2), pp.277-293.
2. Bouazza, A. and Vangpaisal, T., 2003. An apparatus to measure gas permeability of geosynthetic clay liners. *Geotextile and Geomembranes*, 21(2), pp.85-101.
3. Cander, H., 2012. What are unconventional resources? A simple definition using viscosity and permeability. In: Geologist, A.A.o.P. (Ed.), AAPG Annual Convention and Exhibition. American Association of Petroleum Geologists and Society for Sedimentary Geology, Tulsa, OK, USA, 50 (0), 88e104.
4. Cooley, A.J., 1999. Permeability of Superpave Mixtures: Evaluation of Field Permeameters. NCAT Report 99-1.
5. Cooley, L., Brown, E., 2000. Selection and evaluation of field permeability device for asphalt pavements. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board* 1723, 73e82.
6. Cooper, K.G., 2001. Rapid prototyping technology (Vol. 200). New York: Marcel Dekker.
7. Ehrfeld, W., Hessel, V. and Löwe, H., 2005. *Microreactors: New Technology for Modern Chemistry 2000*.
8. Fraden, J., 2010. *Handbook of modern sensors: physics, designs, and applications*.
9. Li, H., Jiao, J.J. and Luk, M., 2004. A falling-pressure method for measuring air permeability of asphalt in laboratory. *Journal of Hydrology*, 286(1-4), pp.69-77.
10. Rodgers, M. and Mulqueen, J., 2006. Field-saturated hydraulic conductivity of unsaturated soils from falling-head well tests. *Agricultural water management*, 79(2), pp.160-176.
11. Šercer, M., Pilipović, A., Godec, D. and Katalenić, M., 2014, March. Additive technologies-4. industrial revolution. In *innetforum*.
12. Vučenović, Helena. *Razvoj metode laboratorijskog ispitivanja plinopropusnosti glinenih* Zagreb
13. Zhu, G., Gu, L., Su, J., Dai, J., Ding, W., Zhang, J., Song, L., 2012. Sedimentary association of alternated mudstones and tight sandstones in China's oil and gas bearing basins and its natural gas accumulation. *Journal of Asian Earth Sciences*

### Internet izvori

<https://learn.sparkfun.com/tutorials/what-is-an-arduino> (29.04.2018)

<https://www.adafruit.com/product/1085> (18.03.2018)

<https://learn.adafruit.com/adafruit-4-channel-adc-breakouts?view=all> (20.03.2018)

<https://www.arduino.cc/en/Reference/Wire> (18.03.2018)

[https://github.com/adafruit/Adafruit\\_ADS1X15/blob/master/Adafruit\\_ADS1015.h](https://github.com/adafruit/Adafruit_ADS1X15/blob/master/Adafruit_ADS1015.h) (18.03.2018)

<https://pythonhosted.org/pyserial/> (24.04.2018)

<http://www.numpy.org/> (24.04.2018)

<http://pandas.pydata.org/> (24.04.2018)

<https://matplotlib.org/> (24.04.2018)

<https://github.com/stsievert/python-drawnnow> (24.04.2018)

<https://docs.python.org/3/library/time.html> (24.04.2018)

<https://docs.python.org/2/library/datetime.html> (24.04.2018)

<https://docs.python.org/2/library/tkinter.html> (24.04.2018)

## 7. Dodatci

### D1. Arduino kod za prihvatanje podataka

```
#include <Wire.h>
#include <Adafruit_ADS1015.h>
//unsigned long time;
Adafruit_ADS1115 ads;
//Adafruit_ADS1015 ads;
void setup(void)
{
  Serial.begin(115200);

  // -----
  // ads.setGain(GAIN_TWOTHIRDS); // 2/3x gain +/- 6.144V 1 bit = 3mV 0.1875mV
  // (default)
  // ads.setGain(GAIN_ONE); // 1x gain +/- 4.096V 1 bit = 2mV 0.125mV
  // ads.setGain(GAIN_TWO); // 2x gain +/- 2.048V 1 bit = 1mV 0.0625mV
  // ads.setGain(GAIN_FOUR); // 4x gain +/- 1.024V 1 bit = 0.5mV 0.03125mV
  // ads.setGain(GAIN_EIGHT); // 8x gain +/- 0.512V 1 bit = 0.25mV 0.015625mV
  ads.setGain(GAIN_SIXTEEN); // 16x gain +/- 0.256V 1 bit = 0.125mV 0.0078125mV

  ads.begin();
}
float i = 0;
void loop(void)
{
  int16_t results;
  int Time;

  float multiplier = 0.0078125F; /* ADS1115 @ +/- 6.144V gain (16-bit results) */
  //Time = millis();
  results = ads.readADC_Differential_0_1();
  float prava = results*multiplier;
  float Tlak = 0.000395F*(results-128);
  // Serial.print(Time);
  // Serial.print(" , ");
  // i = i+0.01;
  i = i+0.1;
  //Serial.print(i);
  //Serial.print(" , ");
  Serial.print(((Tlak+0.1+0.0111)*1.041762903+0.001056717)-0.004, 4);
  Serial.print(" , ");
  Serial.println(results);
  //Serial.print(" , ");
  //Serial.println(prava, 4);

  delay(500);
}
```

```
}
```

## D2. Python kod za prikaz i zapis (logiranje) podataka

```
import csv
import numpy
import serial
import numpy as np
import xlsxwriter
from datetime import datetime
import time

Tlak = []
Vrijeme = []
Datum = []
Voltaza = []
kor_tlak = []
arduinoData = serial.Serial ('COM1', 115200)

cnt=0
mjerenje=0

start=time.time()
while True:
    while (arduinoData.inWaiting()==0):
        pass
    arduinoString = arduinoData.readline()

    arduinoString = arduinoString.decode()
    dataArray = arduinoString.split(",")
    Tlakic = float(dataArray[0])
    voltaza = float(dataArray[1])
    #vrijemen = float( dataArray[1])
    laptime=str(round((time.time()-start),1))
    Vrijeme.append(laptime)
    Voltaza.append(voltaza)
    kor = 0.432344547*voltaza + 61.82527026
    kor = np.round(kor,1)
```

```

Tlak.append(round((kor), 1))
realtime=str(datetime.now().strftime('%Y-%m-%d %H:%M:%S.%f')[:-3])
Datum.append(realtime)
mjerenje = mjerenje + 1
print ( voltaza, laptime, kor)
if kor < 5 :
    arduinoData.close()
    break
workbook = xlswriter.Workbook('Rezultati_mjerenja.xlsx')
worksheet = workbook.add_worksheet('Sheet1')

Graf = workbook.add_chart({'type': 'scatter',
                           'subtype': 'smooth'})
worksheet.write_string('A1', 'Vrijeme[s]')
worksheet.write_string('B1', 'Tlak[mBar]')
worksheet.write_column('A2', Vrijeme)
worksheet.write_column('B2', Tlak)
# Or using a list of values instead of category/value formulas:
# [sheetname, first_row, first_col, last_row, last_col]
Graf.add_series({
    'categories': ['Sheet1', 0, 0, len(Vrijeme), 0],
    'values':    ['Sheet1', 1, 1, len(Tlak), 1],
    'line':     {'color': 'green'},
})
Graf.set_title ({'name': 'Funkcijska ovisnost tlaka o vremenu'})
Graf.set_x_axis({'name': 'Vrijeme [sec]'})
Graf.set_y_axis({'name': 'Tlak [mBar]'})
worksheet.insert_chart('H10', Graf)
workbook.close()

```



## 8. Sažetak

Metoda pada tlaka za mjerenje plinske propusnosti u laboratoriju počela se razmatrati tek posljednjih godina. U literaturi je pronađeno nekoliko radova usmjerenih na mjerenje propusnosti betona, asfalta, geosintetičkih barijera za odlagališta otpada, u kojima su razvidni dobri rezultati mjerenja propusnosti za plin. Za stijene ležišta ugljikovodika, podzemnih skladišta prirodnog plina, CO<sub>2</sub> i sl. ova metoda nije razmatrana, iako proizlazi da ima velikih prednosti u odnosu na rutinske metode određivanja propusnosti. Rad pokazuje proces izrade aparature i postupka za mjerenje plinopropusnosti korištenjem 3D print tehnologije, arduino mikrokontrolera i standardnog držača uzorka stijene. 3D print tehnologija je interesantna zbog cijene i brzine izrade plinskog spremnika, te zbog mogućnosti izrade više spremnika kada bi se radilo mjerenja istovremeno. Također, dimenzije spremnika utječu na brzinu mjerenja, te je tako moguće odabrati spremnik odgovarajućih dimenzija. Arduino tehnologija je korištena radi cijene izrade sustava za prihvata i zapis podataka i pokazala se kao prikladna. Mjerenja su izvedena na dva uzorka jako male propusnosti i na jednom uzorku srednje propusnosti. Treba napomenuti kako je za uzorke tako male propusnosti teško pouzdano i točno mjeriti propusnost rutinskim metodama. Ipak, usporedbom s rutinskim analizama istih uzoraka, pokazalo se da je mjerenje padom tlaka konzistentno uz manja odstupanja. Prototip aparature se pokazao učinkovit, a u budućnosti će se opširnije ispitati primjena na mjerenje kvalitete nepropusnih naslaga u skladištima prirodnog plina i potencijalnim skladištima CO<sub>2</sub>, te na uzorcima iz ležišta ugljikovodika malih propusnosti (tj. nekonvencionalni ležišta).

### **Ključne riječi**

3D print tehnologija, Arduino, metoda pada tlaka, plinopropusnost

## 9. Summary,

Falling pressure method for laboratory gas permeability measurements is considered since only few last years. Several published articles were found to be focused on permeability measurement by this method, namely for determining permeability of concrete and asphalt materials, or of geosynthetic barriers and the measurements showed good results. For hydrocarbon reservoir rocks, or rocks for natural gas or CO<sub>2</sub> storage, this method has not been considered yet, although it seems that it has several advantages compared to routine permeability analysis. In this work, the process of building the apparatus and the analysis for falling pressure measurements is presented by using 3D-print technology, Arduino microcontroller, and standard core-holder. 3D-print is interesting because of the price and speed of production of gas chamber, and because more gas chambers can be produced for simultaneous measurements. Dimensions of the chamber affect the speed of measurement, and with 3D-printing it is possible to test the optimal dimensions of a chamber. Arduino technology is used because of its low price compared to commercial hardware for data acquisition and commercial software for data logging, and it proved to be employable. Permeability tests were performed on two low-permeability samples of reservoir rock and on one mid-permeable sample. It should be noted that routine permeability measurements for low-permeability samples are often inaccurate and unreliable. Nevertheless, by comparing the results from routine measurements and the results with falling pressure method, the results were consistent and similar with small differences. The apparatus prototype shown to be efficient, and in the future the applicability to impermeable rock in natural gas storages or perspective CO<sub>2</sub> storage formations and also to low-permeability (i.e. unconventional) hydrocarbon reservoirs will be tested.

### **Keywords**

3D print technology, Arduino, falling pressure method, gas permeability