

本溪组致密砂岩储层冻胶酸体系的优选

赵续荣, 李源, 姚二冬*, 梁天博, 周福建

(中国石油大学(北京)油气资源与探测国家重点实验室, 北京 102249)

摘要:针对鄂尔多斯盆地东缘本溪组致密砂岩储层酸压改造的酸液体系酸岩反应速率快、酸液穿透距离短、压裂效果不理想等问题开发了冻胶酸压工艺,利用冻胶酸体系黏度高、滤失低、缓速缓蚀、破胶彻底等优点,实现酸液体系深穿透,提高酸蚀裂缝导流能力。通过流变、水浴破胶、表/界面张力、酸岩反应速率等测试手段评价冻胶酸体系的常规性能、高温流变性能、破胶性能、缓速性能以及残酸对地层的伤害能力,根据结果优选出重科冻胶酸+15% HCl 的酸液体系。结果表明,该体系常规性能良好;在 70℃、170 s⁻¹ 的剪切速率下经过 80 min 耐温剪切后黏度保持在 300 mPa·s;破胶 4 h 后黏度低至 2 mPa·s,且破胶液表/界面张力低;酸岩反应速率低,缓速性能良好;残酸中残渣质量分数低,表现出低伤害、返排效果好等优点。

关键词:冻胶酸;酸压;致密砂岩;缓速性能;流变性

中图分类号:TE39

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2021)06-0172-05

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2021.06.035

Optimization of gel acid system for Benxi formation tight sandstone reservoir

ZHAO Xu-rong, LI Yuan, YAO Er-dong*, LIANG Tian-bo, ZHOU Fu-jian

(State Key Laboratory of Oil and Gas Resources and Exploration, China University of Petroleum-Beijing, Beijing 102249, China)

Abstract: It aims to solve the problems of the acid fracturing system applied in Benxi formation tight sandstone reservoir in the eastern margin of China's Ordos basin, such as too fast of acid-rock reaction, too short of acid penetration distance and poor fracturing effect, the gel acid fracturing process is developed. This process makes use of the advantages of gel acid system, including high viscosity, low filtration loss, retarding properties, corrosion inhibition, and complete gel breaking, to realize deep penetration of acid fracturing system and improve the fracture conductivity. Conventional properties, high-temperature rheological properties, gel breaking properties, the damage ability of residual acid to the earth, and retarding properties of different gel acid systems are evaluated through detection measurements such as rheological, water bath gel breaking, surface/interfacial tension and acid rock reaction speed. Chongke gel acid+15% HCl system is selected according to the results, which has good conventional properties and high temperature shear resistance, complete gel breaking, low acid rock reaction speed and low residue content.

Key words: gel acid; acid-fracturing; tight sandstone; retarding properties; rheological

鄂尔多斯盆地东缘本溪组储层具有层薄、气藏埋深差异大、储层非均质性强的特点,属于典型的低孔、低渗、溶蚀高的致密砂岩气藏,这使得储层深度酸压改造成为难题。测井解释平均孔隙度为 4.2%、平均渗透率为 0.35 mD、地层温度为 60~70℃。目前酸压改造使用盐酸进行前置酸压结合胍胶压裂液体系,所用体系前置酸压过程中酸岩反应速率快、酸液穿透距离短、压裂效果不理想。

为了解决这个问题,通过开发酸性条件下可交联的稠化剂和交联剂,使体系形成类似压裂液冻胶的高黏度状态,形成冻胶酸。冻胶酸是通过交联剂对酸液中的稠化剂进行交联,形成三维网状结构,性能优于常规的稠化酸,广泛应用于油田采油增产领域的压裂、酸化、防砂等过程^[1-6]。冻胶酸不仅增大

了酸化作用半径,延伸了裂缝长度,而且在主体上使孔洞和裂缝之间能更好地沟通,从而使导流能力增强,实现储层深穿透^[7-12]。张汝生等^[13]通过对冻胶酸流变性和酸岩反应动力学进行室内研究与测定,为酸压施工工艺提供了依据;杨方政等^[14]在室内研究形成了一套新型延迟交联冻胶酸,并应用于塔河油田 A 井超深超高温储层,并获得良好的增产效果;徐元德等^[15]制备了一种高强度铬冻胶配方,并考察了该配方的耐温性、抗盐性、抗剪切性和封堵性,对深度调剖堵水提供帮助。

笔者主要评价了长庆冻胶酸与重科冻胶酸的酸液体系,并与重科氨基磺酸体系和常规盐酸进行了对比实验。测量了不同种冻胶酸体系的交联性、配伍性、表/界面张力等基础性能,测试了 70℃、

收稿日期:2020-07-24;修回日期:2021-04-08

作者简介:赵续荣(1996-),男,硕士研究生,研究方向为表活与压裂对致密油藏的提采,18792961148@163.com;姚二冬(1988-),男,博士,助理研究员,研究方向为油气田开发技术研究,通讯联系人,yaoed@cup.edu.cn。

170 s⁻¹剪切速率下酸液的黏度、破胶液黏度和表/界面张力、常温和高温(60℃)下冻胶酸的酸岩反应速率以及60℃下酸岩反应后酸液中的残渣含量。目的是优选出适合鄂尔多斯盆地东缘本溪组致密砂岩储层的酸液体系,将其应用于现场进行施工。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

试剂:稠化剂 CJ2-10、交联剂 JL-10、缓蚀剂 HJF-94、助排剂、铁离子稳定剂 TWJ-10、铁离子稳定剂、调理剂、破胶剂 APS、过硫酸铵、重科氨基磺酸、浓盐酸。

仪器:HAAKE MARS 旋转Ⅲ型流变仪;ESJ120-

4B型电子天平;HWS-26型电热恒温水浴锅;101型电热鼓风干燥箱;JYW-2008自动表界面张力仪。

1.2 实验方法

1.2.1 酸液体系的制备

冻胶酸体系主要配制过程为:将不同的稠化剂放入15%或20%盐酸中,用磁力搅拌器高速搅拌,按配比要求量取一定交联剂,倒入搅拌杯中,随后加入不同的缓蚀剂、铁离子稳定剂和助排剂。

氨基磺酸体系配制:将稠化剂放入水中并用磁力搅拌器高速搅拌,按配比要求量取一定交联剂,倒入搅拌杯中,随后加入对应的氨基磺酸和调理剂。根据冻胶酸与氨基磺酸的制备方法,得到的5种体系如表1所示。

表1 不同酸液体系配方列表

编号	酸液体系	基液	交联剂	破胶剂
1	长庆冻胶酸+15% HCl	15% HCl+0.5% CJ2-10+1.5% HJF-94+1.0% TWJ-10	1.5% JL-10	0.3% APS
2	长庆冻胶酸+20% HCl	20% HCl+0.5% CJ2-10+1.5% HJF-94+1.0% TWJ-10	1.5% JL-10	0.3% APS
3	重科冻胶酸+15% HCl	15% HCl+0.6%稠化剂+0.3%铁离子稳定剂+0.5%缓蚀剂+0.3%助排剂	0.5%调理剂+0.5%交联剂	0.2% APS+5%过硫酸铵
4	重科冻胶酸+20% HCl	20% HCl+0.6%稠化剂+0.3%铁离子稳定剂+0.5%缓蚀剂+0.3%助排剂	0.5%调理剂+0.5%交联剂	0.2% APS+5%过硫酸铵
5	重科氨基磺酸	水+0.35%稠化剂+15%氨基磺酸	0.2%调理剂+0.3%交联剂	0.2% APS+0.2%过硫酸铵

1.2.2 常规性能的测定

在室温下配制不同体系酸液后,观察酸液外观并测量交联性。同时测试酸岩反应后残酸的性质。具体为:残酸的表/界面张力根据 GB/T 5549 拉起液膜法并利用 JYW-2008 自动表界面张力仪在室温下进行测试;残酸在地层中的配伍性是用残酸液与地层水以3:1、3:2、1:1的比例混合,观察有无沉淀、分层与析浮。

1.2.3 高温流变性能的测定

利用 HAAKE MARS 旋转Ⅲ型流变仪在170 s⁻¹、70℃条件下剪切80 min,测量不同长庆/重科冻胶酸体系黏度随时间的变化,考察酸液体系的耐温耐剪切性。

1.2.4 破胶性能的测定

配制不同酸液体系,加入对应的破胶剂并充分混合。用温水浴锅60℃下观察酸液体系的破胶情况。记录破胶时间并测定破胶后破胶液的黏度与表/界面张力。

1.2.5 缓速性能的测定

缓速性能测定分为常温下和60℃水浴锅中测定,所用岩心为长1.5 cm、宽2.5 cm规格的碳酸盐岩岩心。实验前将岩心编号并用热缩管套住岩心,将两头热缩管去除使热缩管只覆盖岩心圆柱面部分。利用电子天平精确测量每个岩心质量 m_1 ,分别将岩心放置在不同酸液体系中进行反应。反应时将岩心竖直放置在酸液体系里,使其两侧2个截面与酸液反应。反应结束后清洗岩心并在干燥箱中烘干后再次称量质量 m_2 。反应时间分别为5、10、15、30、60 min,共计反应2 h。酸岩反应速率反映酸液体系的缓速性能,反应速率越大,缓速性能越差。酸岩反应速率计算式为:

$$v = (m_2 - m_1) / t \quad (1)$$

式中: v 为酸岩反应速率,g/min; m_1 为实验前岩心质量,g; m_2 为反应结束后岩心质量,g; t 为反应时间,min。

记录实验数据并计算酸岩反应速率。60℃下缓

速性能评价方法同上。不同的是将酸液置于 60℃ 水浴锅中进行反应。

1.2.6 残渣含量的测定

用漏斗将不同酸液体系 60℃ 下溶蚀岩样 2 h 后的残酸液体过滤,实验前记录滤纸质量。过滤完成后将滤纸烘干称量质量,残渣质量为两者质量之差。

表 2 冻胶酸液体系常规性能评价结果

酸液体系	外观	交联性	残酸表/界面张力/(mN·m ⁻¹)	配伍性
长庆冻胶酸+15% HCl	无色透明黏稠液	可交联、可挑挂	22.56/1.94	无分层、无沉淀、无析浮
长庆冻胶酸+20% HCl	无色透明黏稠液	可交联、可挑挂	26.18/3.42	无分层、无沉淀、无析浮
重科冻胶酸+15% HCl	无色透明黏稠液	可交联、可挑挂	21.37/1.59	无分层、无沉淀、无析浮
重科冻胶酸+20% HCl	无色透明黏稠液	可交联、可挑挂	24.39/2.91	无分层、无沉淀、无析浮

由表 2 中可以看出,长庆冻胶酸与重科冻胶酸具有良好的交联性、配伍性以及较低的残酸表/界面张力,从而有利于现场施工及压后返排,达到保护储层的目的。

2.2 高温流变性能评价

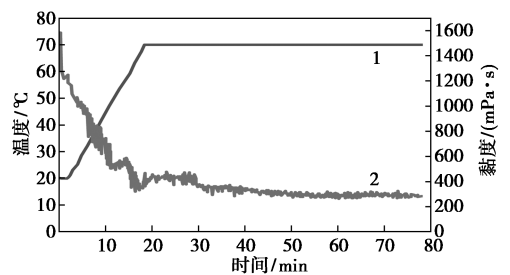
高温流变性能是模拟评价冻胶酸在储层温度条件下的抗剪切性能。保持储层温度下的较高黏度代表酸液体系具有良好的携砂性能。评价了 4 种长庆/重科冻胶酸酸液体系的高温流变性,实验结果如图 1 和图 2 所示。

设置盐酸样为对比样,除去岩石自身残渣影响。

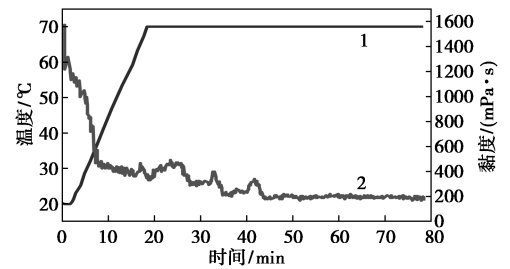
2 结果与讨论

2.1 常规性能评价

不同酸液体系的交联性与残酸的基本性能如表 2 所示。



(a) 重科冻胶酸+15% HCl



(b) 重科冻胶酸+20% HCl

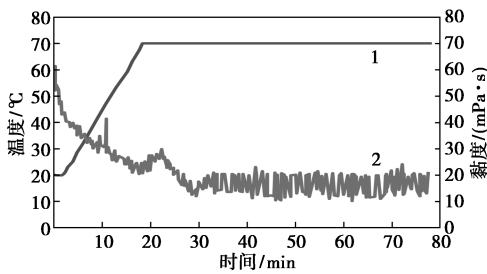
1—T;2—η

图 2 重科冻胶酸+15%/20% HCl 体系流变曲线

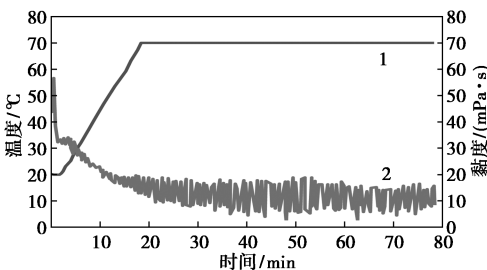
重科冻胶酸+15% HCl 酸液体系的耐温和耐剪切效果最好,最终黏度在 300 mPa·s。2 种重科冻胶酸体系黏度都在 200 mPa·s 以上。这使得重科冻胶酸在 70℃ 的高温储层下滤失量大大减小。较好的耐温和抗剪切性能使酸压深穿透施工变得容易,达到了压裂液流变性能要求。

2.3 破胶性能评价

冻胶酸在完成酸压裂缝作用后,是否可以迅速破胶、快速返排是决定其对地层伤害的关键。冻胶酸体系的破胶速度、破胶液的黏度与表/界面张力是评价酸液对储层伤害的重要手段。结合酸液体系常规



(a) 长庆冻胶酸+15% HCl



(b) 长庆冻胶酸+20% HCl

1—T;2—η

图 1 长庆冻胶酸+15%/20% HCl 体系流变曲线

从图 1 和图 2 中可以看出,70℃ 下剪切 80 min,

性能与流变测量结果,评价了长庆/重科冻胶酸+15% HCl 酸液体系的破胶性能,实验结果如表3所示。

表3 60℃下不同冻胶酸体系破胶性能测定数据

酸液体系	破胶	破胶液	破胶液表/
	时间/ h	黏度/ (mPa·s)	界面张力/ (mN·m ⁻¹)
长庆冻胶酸+15% HCl	4	30	24.53/1.79
重科冻胶酸+15% HCl	4	2	23.88/2.14

由表3中可以看出,60℃恒温4h后重科冻胶酸+15% HCl 酸液体系黏度快速降低。4h时,黏度降至2 mPa·s,说明重科冻胶酸加入破胶剂后在地层温度的作用下会自动破胶,破胶后的黏度低于

10 mPa·s。同时,破胶液表/界面张力较低,重科冻胶酸+15% HCl 酸液体系可满足现场施工后迅速破胶、快速返排的要求。而长庆冻胶酸+15% HCl 酸液体系破胶后黏度较大,不利于快速返排。

2.4 缓速性能评价

缓速性能决定了冻胶酸的有效作用距离和裂缝表面的刻蚀形态,从而决定了酸压后裂缝的导流能力,并最终影响酸压效果^[11]。常规酸酸压中,由于酸岩反应速度较快,体系缓速性能差,酸液主要消耗在近井地带,余酸难以对裂缝远端产生有效刻蚀,最终导致酸液有效作用距离大大缩短,增产效果不理想。对冻胶酸体系的缓速性能进行评价,实验结果如表4、表5所示。

表4 室温下酸液体系中岩心质量随时间变化数据表

酸液体系	岩心编号	岩心质量/g					
		0 min	5 min	15 min	30 min	60 min	120 min
15% HCl	1	30.7521	25.3947	16.4390	11.7594	8.9452	8.9151
20% HCl	2	29.4444	21.4219	15.1050	8.1643	3.3504	3.3504
重科冻胶酸+15% HCl	3	29.3514	29.3281	29.2999	29.2665	29.2221	29.0674
重科冻胶酸+20% HCl	4	30.3048	30.2772	30.2400	30.1934	30.1440	29.9816
长庆冻胶酸+15% HCl	5	30.9386	30.9337	30.9240	30.9080	30.8903	30.8848
长庆冻胶酸+20% HCl	6	30.6613	30.6076	30.5723	30.5237	30.4717	30.1956
重科氨基磺酸	7	31.6145	31.6122	31.5982	31.5740	31.5487	31.4958

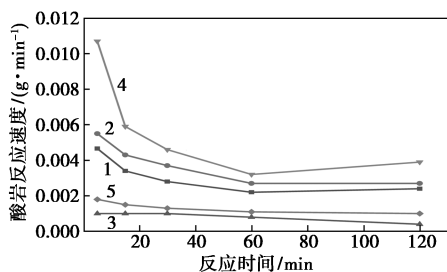
表5 60℃酸液体系中岩心质量随时间变化数据表

酸液体系	岩心编号	岩心质量/g					
		0 min	5 min	15 min	30 min	60 min	120 min
15% HCl	1	19.089	10.936	1.7142	—	—	—
20% HCl	2	19.7406	6.9318	—	—	—	—
重科冻胶酸+15% HCl	3	18.0668	18.0435	17.7162	17.1437	15.8548	13.6109
重科冻胶酸+20% HCl	4	18.6019	18.4643	18.1962	17.7184	15.8275	4.0001
长庆冻胶酸+15% HCl	5	18.2031	18.1997	17.917	17.144	15.2568	11.6269
长庆冻胶酸+20% HCl	6	19.075	19.009	18.8191	17.7724	3.5369	1.5047
重科氨基磺酸	7	19.2919	19.29	19.1505	17.6629	13.7959	6.6799

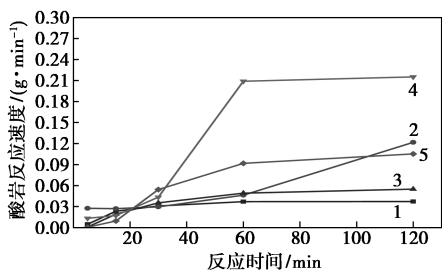
由表4、表5可知,不管是室温还是60℃下,纯盐酸体系盐酸浓度越高,酸岩反应速率越大,缓速速率越小,且温度越高缓速速率越小。其他冻胶酸和氨基磺酸体系的酸岩反应速率远远低于纯盐酸体系。室温下,当盐酸质量分数为15%时,120 min内岩心溶蚀掉20g左右,而冻胶酸和氨基磺酸体系反

应质量小于0.5g。盐酸质量分数为20%时,60 min时岩心已完全溶蚀。60℃温度下,当盐酸质量分数为15%时,岩心15~20 min已完全溶蚀;当盐酸质量分数为20%时,岩心5~10 min已完全溶蚀。印证了该区块储层目前使用盐酸前置酸压酸岩反应迅速,有效作用距离短的弊端。将5种酸液体系酸岩

反应速率作图,结果如图 3 所示。



(a) 室温



(b) 60°C

1—重科冻胶酸+15% HCl; 2—重科冻胶酸+20% HCl;
 3—长庆冻胶酸+15% HCl; 4—长庆冻胶酸+20% HCl;
 5—重科氨基磺酸

图 3 室温(左)与 60°C(右)下不同酸液体系酸岩反应速率曲线

由图 3 可知,不同温度下的 2 种冻胶酸体系内盐酸质量分数越高,酸岩反应速率越快;相比于常温下酸岩反应速率逐渐降低,60°C 下不同酸液体系反应速率随时间逐渐增大。这是由于酸液体系在高温下不断地破胶,体系黏度逐渐降低,传质速度加快,反应速度增加。酸液体系中黏度主要控制酸岩反应速度,黏度较高的流体反应速度慢,控制反应速度主要为传质控制。相比于长庆冻胶酸体系,重科冻胶酸体系酸岩反应速率更小,对应酸液的缓速性能越强,更能实现储层的深部改造。对于氨基磺酸这种弱酸来说,随着反应的进行酸岩反应速度先快后慢,这种现象在 60°C 条件下更加明显。缓速性能综合对比后,优选重科冻胶酸+15% HCl 酸液体系。

2.5 残渣含量的测定

酸液体系的残渣是指酸岩反应后地层中残存的水不溶物,其主要来源是稠化剂及冻胶未破胶物、防滤失剂、黏土防膨剂等添加剂中的水不溶物。残酸中的残渣会堵塞岩石孔隙和裂缝,降低填砂裂缝支撑带的导流能力和油气层的渗透率,因此需要对残渣的残渣进行测定。与地层岩石反应后的残酸应具有足够低的黏度和残渣含量,以利于残酸的返排。将不同酸液体系的残渣含量测定数据按 15% HCl

做归一化处理,结果如表 6 所示。

表 6 60°C下不同酸液体系残渣含量测定结果

酸液体系	初始质量/g	反应质量/g	反应质量分数	残渣质量/g	残渣质量分数
15% HCl	19.0890	17.3748	0.9102	1.0115	1.1113
20% HCl	19.7406	12.8088	0.6489	0.8087	1.2463
长庆冻胶酸+15% HCl	18.2031	6.5762	0.3613	2.4640	2.0625
长庆冻胶酸+20% HCl	18.0668	4.4559	0.2466	2.6605	2.3864
重科冻胶酸+15% HCl	19.0750	17.5703	0.9211	1.3608	0.3372
重科冻胶酸+20% HCl	18.6019	14.6018	0.7850	1.7474	0.8751
重科氨基磺酸	19.2919	6.5193	0.3379	1.0793	0.7038

对比不同酸液体系的残渣含量发现,盐酸质量分数越高,残渣含量越高,这是由于盐酸质量分数越高,对冻胶酸破胶影响较大,造成残酸中残渣越多,推荐使用 15% HCl。长庆冻胶酸体系残渣质量分数最大,这是由于体系破胶不彻底,黏度较大,残酸中残渣含量较高,因此,长庆冻胶酸体系对地层伤害较大,不利于返排。而重科冻胶酸体系相比于其他酸液体系破胶更彻底,残渣更少,对地层伤害小,破胶后黏度接近亲水,满足现场施工工艺要求。

3 结论

(1) 纯盐酸体系浓度越高酸岩反应速率越快,其他冻胶酸和氨基磺酸体系酸液酸岩反应速率远远低于纯盐酸体系,证实现场施工酸岩反应速率过快的问题;冻胶酸体系内盐酸质量分数越高酸岩反应速率越快;对于氨基磺酸这种弱酸来说,酸岩反应速率随时间先快后慢,高温下这种现象更加明显。

(2) 长庆/重科冻胶酸体系酸岩反应时黏度主要控制酸岩反应速率,黏度较高的流体反应速率慢,控制反应速度主要为传质控制。温度升高,黏度降低,传质速度加快,酸岩反应速度较常温下增加。

(3) 优选鄂尔多斯盆地东缘本溪组致密砂岩储层酸液体系为重科冻胶酸+15% HCl 体系。与长庆和其他酸液体系相比,该冻胶酸酸体系耐温和耐剪切效果较好;破胶彻底且破胶后黏度接近亲水;酸岩反应速度小,残酸中残渣含量较少,对地层伤害小,能够实现储层的深部改造,达到储层深穿透改造目标。

参考文献

[1] 李珂.两性离子胍胶冻胶酸体系研究[D].成都:西南石油大学,2013:1-47.

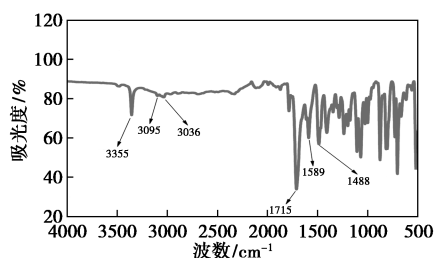


图 4 2-(4-溴苯基)-2,3-二氢酞嗪-1,4-二酮的红外谱图

从图 4 中可知,3 355 cm^{-1} 处对应的是 NH—伸缩振动峰,3 095,3 036 cm^{-1} 处对应的是 Ar—H 伸缩振动峰,1 715 cm^{-1} 处对应的是 C=O 伸缩振动峰,1 589,1 488 cm^{-1} 处对应的是苯环骨架伸缩振动峰,综合红外光谱测试与核磁共振结果可以确定所得产物 3b 为新型二氮杂萘二酮类化合物 2-(4-溴苯基)-2,3-二氢酞嗪-1,4-二酮。

4 结论

以邻苯二甲酸酐、4-氯苯胍盐酸盐、4-溴苯胍盐酸盐为原料,通过微波反应设计合成了 2 种新型化合物 2-(4-氯苯基)-2,3-二氢酞嗪-1,4-二酮与 2-(4-溴苯基)-2,3-二氢酞嗪-1,4-二酮,2 种化合物的药理活性有待后续研究。通过微波反应与传统加热回流体系进行对比,传统加热体系反应温度过高、反应时间长、产率低,而微波反应体系反应时间短,仅仅需要微波加热 10 min,所合成的化合物收率高达 69.6%。而且在实验过程中,微波反应器操作简单,方便控制反应进程。

参考文献

[1] An J, Bagnell L, Cablewski T, *et al.* Applications of high-

temperature aqueous media for synthetic organic reactions[J]. *The Journal of Organic Chemistry*, 1997, 62(8): 2505-2511.

[2] Marx D, Steinhilber W, Sterk G J, *et al.* Phthalazinones derivatives useful as PDE4/7 inhibitors: W002/085906[P]. 2002-02-23.

[3] El-Snyed A M, Abdel-Ghany H, El-Snghier A M M. A novel synthesis of pyrano(2,3-c)-, 1,3-Oxazinooxazino(2,3 b)-, 1,2,4-triazolo(3,4-b)-, oxazolo(2,3-b)-, furano(3,2-c)-, and 3-substituted-(1,5) benzodiazepin-2-ones[J]. *Synthetic Communications*, 1999, 29(20): 3561-3572.

[4] Li Y X, Luo Y P, Xi Z, *et al.* Design and syntheses of novel phthalazin-1(2H)-one derivatives as acetoxyacid synthase inhibitors[J]. *Food Chem*, 2006, 54: 9135-9139.

[5] 匡永清, 孙晓莉, 何炜, 等. 6-[N-(4-氨基丁基)-N-乙基]氨基-2,3-二氢-1,4-酞嗪二酮的合成[J]. *第四军医大学学报*, 2002, 23(11): 1037-1039.

[6] Ghahremanzadeh R, Shakibaei G, Bazgir A. An efficient one-pot synthesis of 1H-pyrazolo[1,2-b]phthalazine-5,10-dione derivatives[J]. *Synlett*, 2008, 2008(8): 1129-1132.

[7] Gedye R, Smith F, Westaway K, *et al.* The uses of microwave ovens for rapid organic synthesis[J]. *Tetrahedron Lett*, 1986, 27(3): 279-282.

[8] Vanderhoff J W. Carrying out chemical reactions using microwave energy: US, 3432413[P]. 1969-03-11.

[9] Becker M A, Schumacher H R, Wortmann R L, *et al.* Febuxostat compared with allopurinol in patients with hyperuricemia and gout[J]. *New Engl J Med*, 2005, 353(23): 2450-2461.

[10] Hasegawa M A. Facile one-pot synthesis of 4-alkoxy-1,3-benzodicyanocarbonitrile[J]. *Heterocycles*, 1998, 47(2): 857-864.

[11] Yarino T. Preparation method of 2-(4-alkoxy-3-cyanophenyl)thiazole derivatives: JP, 1998045733[P]. 1998-02-17.

[12] Hasegawa M. Cyano compounds and their preparation method: JP, 1994345724[P]. 1994-12-20.

[13] Line, Bourel, *et al.* Improved synthesis of pyridazinediones under microwave irradiation[J]. *Tetrahedron Letters*, 1996, 37(24): 4145-4148. ■

(上接第 176 页)

[2] Pabley, Av tar S, Holcomb David L. A new method of acidizing or acid fracturing: Crosslinked acid gels[C]. Presented at the 27th Southwestern Petroleum short Course. Texas Tech. University, Lubbock, April 17-18, 1980.

[3] Gerald R Coulter, Larry Harfs, Don E Klebenow. Successful stimulation in the rocky mountain area using a new acid base[C]. SPE 9032, 1980.

[4] Avtar S Pabley, David L Holcomb. A new stimulation technique: High strength crosslinked acid[C]. SPE 9241, 1980.

[5] 党建锋, 郭建设, 郑波, 等. 冻胶酸性性能评价及其现场试验—以塔河油田为例[J]. *山东化工*, 2012, 41(4): 80-04.

[6] 李春月, 杨方政. 冻胶酸液体系室内研究及在塔河油田的应用[J]. *西部探矿工程*, 2013, (7): 88-05.

[7] 杨兵, 韩利娟, 叶仲斌, 等. 一种耐高温冻胶酸的制备和性能评价[J]. *内蒙古石油化工*, 2010, (13): 1-3.

[8] 郑延成, 郭稚弧, 赵修太. 低渗透地层酸化改造进展[J]. *河南化工*, 2000, (4): 3-5.

[9] 赫安乐. VY-101 酸液稠化剂及稠化酸的研究[J]. *油田化学*, 1996, 13(4): 303-308.

[10] 方娅. 油气井酸化工作液增稠剂[J]. *钻采工艺*, 1993, 16(3): 69-74.

[11] 张炯亮, 李芝藩. 聚丙烯酰胺冻胶酸的制备与应用研究[J]. *应用化工*, 2008, 37(10): 1179-1181.

[12] 林鑫, 张士诚, 熊伟, 等. 耐高温酸性冻胶材料的制备及性能研究[J]. *现代化工*, 2015, 35(7): 97-100.

[13] 张汝生, 周成裕, 熊伟, 等. 碳酸盐岩用冻胶酸高温流变性及其酸岩反应动力学研究[J]. *应用化工*, 2017, 46(8): 1547-04.

[14] 杨方政, 李春月, 候帆, 等. 延迟交联冻胶酸液技术在塔河油田的应用[J]. *化工中间体*, 2014, (8): 25-06.

[15] 徐元德. 冻胶酸液交联体系[J]. *石油化工*, 2019, 48(9): 943-948. ■