

耐高温耐盐预交联凝胶颗粒的性能研究

宋官龙

(辽宁石油化工大学, 辽宁抚顺 113001)

摘要:针对常规调驱剂在裂缝性高温、高盐油藏调驱效果差的难题,以丙烯酰胺、衣康酸、二甲基二丙烯酰胺基磺酸钠为聚合单体,以过硫酸铵和亚硫酸氢钠为氧化还原引发剂,*N,N*-亚甲基双丙烯酰胺为化学交联剂,锂皂石为物理交联剂,合成了一种耐高温、耐盐预交联凝胶颗粒 KY-2,并对其微观形貌进行了表征,分析了化学交联剂质量分数对预交联凝胶颗粒吸水性能的影响,评价了其耐高温性能、抗剪切性能和调驱性能。结果表明:颗粒的吸水速率随着交联剂质量分数的增加而降低,该颗粒具有很好的耐高温性能和抗剪切性能,在渗透率级差为 4 的条件下,水驱后提高采收率幅度达 15.5%。预交联凝胶颗粒 KY-2 对裂缝性高温高矿化度非均质油藏具有较强的适应性。

关键词: 耐高温性;耐盐性;预交联凝胶颗粒;锂皂石;调驱性能

中图分类号:TE357

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2016)07-0100-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2016.07.025

Performance research of temperature-resistance and salt-tolerant particle gel

SONG Guan-long

(Liaoning Shihua University, Fushun 113001, China)

Abstract: Aiming at the poor profile control of flooding effect of conventional flooding agent in the high temperature and high-salinity fracture reservoir, a new kind of temperature-resistance and salt-tolerant preformed particle gel KY-2 is synthesized, using ammonium persulfate and sodium hydrogen sulfite as initiator, acrylamide, itaconic acid and 2-dimethyl acrylamide-2-sodium sulfonate as comonomers, *N,N*-methacrylamide as the crosslinker and hectorite as the inorganic crosslinker. The micromorphology, shear-resistance property, swelling property, temperature-resistance property, salt-tolerant property and profile control property are characterized and evaluated. The results show that the water absorption rate decreases with an increase of the concentration of chemical crosslinker. The preformed particle gel has good temperature-resistance, salt-tolerant and shear-resistance property. The recovery ratio can reach 15.5% on the basis of water flooding under the permeability ratio of 4. The preformed particle gel KY-2 has better adaptability in the high temperature and high-salinity heterogeneous fracture reservoir.

Key words: temperature-resistance property; salt-tolerant property; preformed particle gel; hectorite; profile control property

随着油田开采程度的不断深入,我国东部大部分老油田已进入“高含水、高采出”阶段,油藏中的剩余油分布复杂,重复压裂技术已在该类油藏成功应用,油水井中存在很多压裂层段,加之微裂缝的发育,使得该类油藏注入水无效循环,注水效果变差^[1-4]。国内外专家学者对裂缝性油藏水淹水窜难题进行了多种调剖堵水措施的尝试,但常规调剖技术在该类油藏中适应性较差,存在有效期短,调剖剂浪费严重,作用半径短,无法发挥深部调剖作用等缺点^[5-7]。预交联凝胶颗粒调驱剂在地面合成,然后注入油藏,可克服地层内温度、pH、矿化度、剪切作用对调驱剂合成过程的不利影响,实现常规凝胶类调驱无法在地层深部形成有效封堵的难题^[8-9]。预交联凝胶颗粒可在地层中进行有效运移和封堵,已在裂缝性油藏中得到应用^[10-11]。裂缝性油藏对颗粒的耐高温、耐盐和耐剪切性要求较高,常规的调驱剂颗粒耐高温、耐盐性较差,且脆性大,易剪切破碎。笔

者根据裂缝性油藏特征,通过引入耐高温耐盐基团和物理交联剂研制出了一种适应于该类油藏的新型耐高温、耐盐预交联凝胶颗粒,并研究了化学交联剂质量分数对预交联凝胶颗粒吸水性能的影响,对其耐高温、耐盐、抗剪切和调驱性能进行了评价。

1 实验部分

1.1 材料和仪器

材料:丙烯酰胺(AM),分析纯,成都市科龙化工试剂厂生产;衣康酸(IA),分析纯,常州市新华活性材料研究所生产;氢氧化钠(NaOH),分析纯,天津市致远化学试剂有限公司生产;过硫酸铵(APS),分析纯,成都市科龙化工试剂厂生产;亚硫酸氢钠(NaHSO₃),分析纯,天津市致远化学试剂有限公司生产;*N,N*-亚甲基双丙烯酰胺(MBA),分析纯,成都市科龙化工试剂厂生产;锂皂石(HZ200),泗洪县汇智精细化工有限公司生产;乙醇(95%),分析纯,

成都科龙化工试剂厂生产;丙酮,分析纯,成都长联化工试剂有限公司生产;氯化钠,分析纯,成都科龙化工试剂厂生产;无水氯化钙,分析纯,成都科龙化工试剂厂生产。实验用水为胜利油田 ZX 油区模拟地层水,矿化度为 80 230 mg/L,钙镁离子质量浓度为 880 mg/L,水型为 CaCl₂ 型,pH 为 6.9;实验用油为 ZX 油区原油与柴油按体积比为 5:1 配制而成,在 90℃ 下平均地面原油黏度为 18.7 mPa·s;实验用岩心为人造裂缝性岩心。

实验仪器:化学驱动态模拟系统;BH-1 型岩心抽真空加压饱和装置;PL4002-1C 电子天平;FD53 恒温箱;RS600 型 Hakker 流变仪;BT-9300S 激光粒度分析仪;HJ-3 多头加热磁力搅拌器和 800S 组织粉碎机。

1.2 实验方法

1.2.1 耐温、耐盐预交联凝胶颗粒的制备

分别称取 8 g AM、1 g AMPS 和一定质量的本MBA,依次加入到 30 mL 蒸馏水中,置于 100 mL 烧杯中,搅拌 10 min 至固体全部溶解;然后称量 0.1 g 锂皂石加入上述清液中,搅拌均匀,形成混合溶液;将 1 g 中和度为 55%~75% 的 IA 加入到上述混合溶液中,搅拌混合均匀,最后准确称量 0.25 g APS 和 0.16 g NaHSO₃ 加入到 10 mL 蒸馏水中,搅拌至溶液变澄清,并加入到加有主剂的混合溶液中,搅拌 10 min,形成混合溶液,并置于 50℃ 恒温箱中,24 h 后取出切块,烘干、破碎,得到形状不规则的耐温、耐盐预交联凝胶颗粒 KY-2。

1.2.2 耐温耐盐预交联凝胶颗粒的性能

(1) 微观形貌

利用 BT-9300S 激光粒度分析仪观察预交联凝胶颗粒 KY-2 吸水前后的粒径尺寸分布,其中膨胀前粒度分析仪测量时所用介质为无水乙醇,膨胀后粒度分析曲线为 KY-2 在模拟地层水中吸水 48 h 后测得。

利用日本理学电机公司生产的 DMX-III C 型衍射仪对预交联凝胶颗粒 KY-2 和锂皂石进行 XRD 分析,实验条件为 FeK α ,电压为 35 kV,电流为 20 mA。

(2) 吸水性能

采用称重法评价不同交联剂质量分数下 KY-2 的膨胀性能。实验条件:温度为 80℃,所用盐水为实验区模拟地层水。进而通过对不同温度和不同盐离子质量浓度下的 KY-2 的膨胀倍数来评价 KY-2 的耐温、耐盐性能。

(3) 抗剪切性能

将充分吸水的质量浓度为 2 000 mg/L 的 KY-2 分散体系在 3 000 r/min 的电动搅拌机上搅拌 60 min,然后每隔 20 min 用 RS600 型 Hakker 流变仪测定剪切后 KY-2 分散体系的表现黏度。

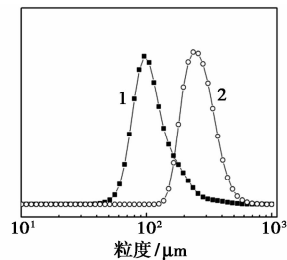
(4) 调驱性能

在 80℃ 条件下,利用 2 个不同渗透率的填砂管并联模型模拟油藏的非均质性,借助岩心驱油实验评价了调驱剂提高采收率的能力。具体实验步骤为:①将 2 个填砂管模型抽真空,饱和地层水,测量孔隙度和渗透率;②用模拟油恒速驱替填砂管岩心中的水,直至出口端无水流出,计算含油饱和度;③以 0.5 mL/min 的水驱速度,恒速水驱饱和原油的填砂管岩心,直至出口端无油流出,记录压力变化和产液量和产油量,计算水驱采收率;④以 0.1 mL/min 的注入速度注入 0.4 PV 质量浓度为 1 000 mg/L 的 KY-2 分散体系,静置 48 h 后水驱,直至出口端无油流出,记录压力变化、产液量和产油量,计算最终采收率。

2 结果与讨论

2.1 微观形貌

预交联凝胶颗粒 KY-2 在模拟地层水中吸水前后的粒度分布如图 1 所示。吸水前后 KY-2 颗粒的粒径 D_{50} 分别为 95.91 μm 和 238.23 μm ,膨胀后粒径为初始平均粒径的 2.48 倍。从膨胀后的平均粒径来看,预交联凝胶颗粒 KY-2 的粒径略大于油藏的裂缝开度,但由于 KY-2 具有很强的可变形性,其完全满足油田常用调驱剂“注入性好”的要求,也能满足油田在油藏深部调驱裂缝“堵得住”的需要。

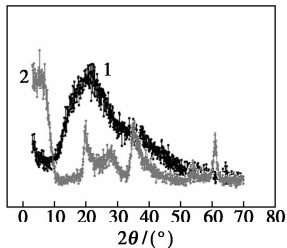


1—吸水前;2—吸水后

图 1 预交联凝胶颗粒 KY-2 吸水前后的粒度曲线

预交联凝胶颗粒 KY-2 和锂皂石的 XRD 如图 2 所示。从图 2 中可看出,锂皂石具有结晶度较高的晶体结构,存在 5 个明显的衍射峰;而预交联凝胶颗

粒的 XRD 曲线上没有尖锐的衍射峰,但是形成了较大、较宽的弥散峰,这说明锂皂石结晶结构转变为无定型结构,锂皂石以纳米片层结构无规则地分布于预交联凝胶颗粒 KY-2 中,KY-2 内具有有机和无机双网络结构,其中无机纳米锂皂石形成的无机网络可提高 KY-2 的强度,提高了对油藏深部裂缝的封堵的有效性。

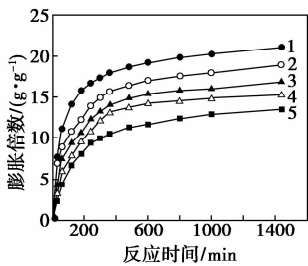


1—预交联凝胶颗粒;2—锂皂石

图 2 预交联凝胶颗粒 KY-2 和锂皂石的 XRD 图谱

2.2 吸水性能及耐温耐盐性能

化学交联剂 MBA 的质量分数对预交联凝胶颗粒的膨胀倍数的影响如图 3 所示,由图 3 可看出,预交联凝胶颗粒的初始膨胀倍数增长较快,随着吸水时间的增加,膨胀倍数的增幅变缓,1 000 min 左右基本达到吸水平衡,吸水膨胀倍数基本不变。随着化学交联剂 MBA 质量分数的增加,预交联凝胶颗粒的最终平衡膨胀倍数逐渐下降,当其质量分数为 0.8% 时,平衡膨胀倍数达到 15.25 g/g,满足预交联凝胶颗粒吸水速率不宜过快或过慢的要求。随着 MBA 质量分数的增加,预交联凝胶颗粒的三维网络结构更加致密,网孔变小,预交联凝胶颗粒的弹性降低,吸水速率变小。

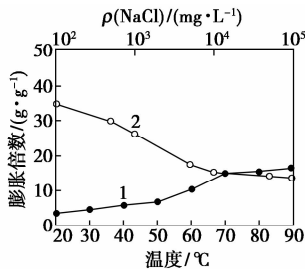


1—0.2% ;2—0.4% ;3—0.6% ;4—0.8% ;5—1.0%

图 3 交联剂质量分数对预交联凝胶颗粒膨胀倍数的影响

外界环境如油藏温度和地层水矿化度对预交联凝胶颗粒 KY-2 的膨胀倍数影响较大。预交联凝胶颗粒 KY-2 的膨胀倍数随温度和 NaCl 质量浓度的变化曲线如图 4 所示。由图 4 可看出,KY-2 的吸

水膨胀性能随着温度的升高逐渐增大,这主要是因为随着温度的升高,丙烯酰胺的水解程度变大,KY-2 的吸水膨胀性能更好,在 90℃ 高温条件下,KY-2 的膨胀倍数达到 16.55 g/g。从图 4 中也可看出,随着 NaCl 质量浓度的增加,KY-2 的膨胀倍数逐渐减小。这是因为当 KY-2 溶解在水中后,由于羧钠基的离解,带负电的基团吸引偶极水分子,形成扩散双电层,水中阳离子可抑制羧钠基的离解,压缩双电层,可使聚丙烯酰胺分子蜷缩,分子水动力学体积减小,KY-2 吸水能力降低,膨胀倍数减小,当矿化度大于 10 000 mg/L 时,达到饱和,KY-2 的膨胀倍数略有减小,几乎保持不变,当 NaCl 质量浓度为 100 000 mg/L 时,KY-2 的膨胀倍数达到 13.68 g/g。由此可看出,该预交联凝胶颗粒 KY-2 具有很好的耐温、耐盐性能。



1—温度;2—NaCl 的质量浓度

图 4 预交联凝胶颗粒 KY-2 的膨胀倍数随温度和 NaCl 质量浓度的变化曲线

2.3 抗剪切性能

质量浓度为 2 000 mg/L 的预交联凝胶颗粒 KY-2 分散体系在 3 000 r/min 的剪切速率下黏度保留率曲线如图 5 所示。由图 5 可以看出,在剪切速率为 3 000 r/min 下,剪切 60 min 后黏度保留率仅为 31.87%,但在 240 min 内黏度保留率恢复较好,可达到 72.26%,这说明在 3 000 r/min 高剪切速率下,物理交联剂锂皂石使合成预交联凝胶颗粒 KY-2 的内部网络结构保持稳定,该颗粒分散体系具有较好的抗剪切性能。

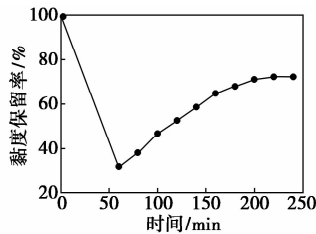
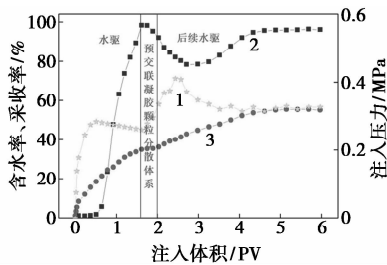


图 5 预交联凝胶颗粒 KY-2 分散体系的黏度保留率曲线

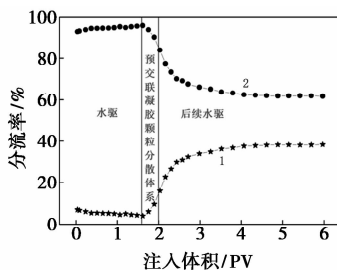
2.4 调驱性能

在80℃条件下,利用渗透率级差为4($89 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ 和 $356 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$)的并联填砂管模型模拟油藏的非均质性,借助岩心流动实验评价预交联凝胶颗粒KY-2的调驱性能。低渗层和高渗层的孔隙度分别为31.6%和36.1%,含油饱和度分别为79.5%和85.7%。并联填砂管模型岩心流动实验的调驱效果曲线和分流率曲线分别如图6和图7所示。由图6、图7可以看出,注入预交联凝胶颗粒KY-2分散体系后,模型的注入压力升高,高渗管的分流率明显下降,低渗管的分流率上升,含水率由调驱前的98.3%下降为调驱后的78.3%,这说明KY-2注入后具有很好的调剖性能,明显降低了模型出口端的含水率。预交联凝胶颗粒KY-2分散体系注入封堵后,在后续水驱的作用下,采收率得到明显提高,由调驱前的34.9%升高至调驱后的55.4%,较水驱采收率提高幅度达15.5%。



1—注入压力;2—含水率;3—采收率

图6 并联填砂管模型岩心流动实验的调驱效果曲线



1—低渗层;2—高渗层

图7 并联填砂管模型岩心流动实验的分流率

3 结论

(1)以丙烯酰胺、衣康酸、二甲基二丙烯酰胺基磺酸钠为聚合单体,以过硫酸铵和亚硫酸氢钠为氧化还原引发剂, N,N -亚甲基双丙烯酰胺为化学交联剂,锂皂石为物理交联剂,合成了1种耐温、耐盐预交联凝胶颗粒KY-2。合成的KY-2颗粒为不规则

的块状颗粒,初始平均粒径为 $95.91 \mu\text{m}$,在高温、高盐环境中具很好的膨胀性能,在80℃的模拟地层水中吸水48 h后粒径能达到初始粒径的2.48倍左右。

(2)研制的预交联凝胶颗粒KY-2具有较好的耐温、耐盐和耐剪切性能。颗粒的吸水速率随着交联剂质量分数的增加而降低,温度越高,矿化度越低,KY-2的吸水膨胀性能越好。在90℃高温条件下,KY-2的膨胀倍数能达到16.55 g/g;当NaCl质量浓度为100 000 mg/L时,KY-2的膨胀倍数能达到13.68 g/g;在剪切速率为3 000 r/min下,在240 min内黏度保留率可达到72.26%。

(3)预交联凝胶颗粒KY-2可在多孔介质或者裂缝中变形通过,进而进入到油藏深部,真正实现深部调剖的作用。在渗透率级差为4的条件下,KY-2分散体系注入后吸水剖面改善明显,水驱后提高采收率幅度达15.5%。该预交联凝胶颗粒在裂缝性高温、高矿化度非均质油藏具有较强适应性,在同类油藏具有广阔的应用前景。

参考文献

- [1] 王道富. 鄂尔多斯盆地特低渗透油田开发[M]. 北京:石油工业出版社,2007:79-83.
- [2] 李道品. 低渗透油田开发[M]. 北京:石油工业出版社,1999:16-20.
- [3] 王振宇,陶夏妍,范鹏,等. 库车坳陷大北气田砂岩气层裂缝分布规律及其对产能的影响[J]. 油气地质与采收率,2014,21(2):51-56.
- [4] 刘洪,张仕强,钟水清,等. 裂缝性油藏注水开发水淹力学机理研究[J]. 钻采工艺,2006,29(4):57-61.
- [5] 王嘉晨,侯吉瑞,赵凤兰,等. 非均质岩心调堵结合技术室内实验[J]. 油气地质与采收率,2014,21(6):99-101.
- [6] 刘文梅,袁勇,李传武,等. 濮城油田复合型多段塞深部调剖技术[J]. 石油钻探技术,2003,31(6):56-58.
- [7] 赵修太,董林燕,付敏杰,等. 橡胶-聚合物冻胶体系堵水适应性分析[J]. 油气地质与采收率,2014,21(6):84-86.
- [8] 鲁娇,彭勃,李明远,等. 三种低黏度交联聚合物调驱剂研究进展[J]. 油田化学,2010,27(1):106-111.
- [9] Bai B J, Zhang H. Preformed-particle-gel transport through open fractures and its effect on water flow[J]. SPE Journal, 2011, 16(2):388-400.
- [10] Bai B J, Liu Y Z, Coste J P, et al. Preformed particle gel for conformance control: Transport mechanism through porous media[C]. SPE Symposium on Improved Oil Recovery, 17-21 April, Tulsa, Oklahoma, USA, 2004, SPE 89468, 176-184.
- [11] 谢全,蒲万芬,邢杨梅,等. 预交联凝胶封堵性实验研究[J]. 特种油气藏,2006,13(4):92-93. ■