文章编号:1000-4092(2020)02-250-04

高强度柔弹性裂缝封堵剂力学性能评价及应用*

吴天江[1,2],赵燕红[3],宋昭杰[1,2],程 辰[1,2]

(1. 中国石油长庆油田分公司油气工艺研究院,陕西 西安 710018;2. 低渗透油气田勘探开发国家工程实验室,陕西 西安 710018;
3. 西安长庆化工集团有限公司研究所,陕西 西安 710018)

摘要:为改善预交联凝胶颗粒稳定性差、易破碎,多轮次实施后效果逐渐变差等问题,以含芳烃单体和特种共聚单体为主剂、过氧化苯甲酰为引发剂制得高强度柔弹性颗粒状的裂缝封堵剂。研究了该封堵剂的力学性能,并在长庆裂缝性见水油藏进行了现场应用。结果表明,裂缝封堵剂的硬度较小,柔韧性好,有利于施工泵注。低温环境下封堵剂邵氏硬度的变化小。在18~28℃下,封堵剂的邵氏硬度为18.6~18.9 HA。随温度升高,剪切应力加载对应封堵剂的应变增幅增大,储能模量降低。温度对封堵剂损耗模量的影响较小。封堵剂断裂伸长率为1352%~1358%,对应拉伸应力为1.20~1.56 MPa。封堵剂抗压形变能力较好,压缩应力增加,应变逐渐增大。地层水矿化度对封堵剂柔弹性的影响较小。封堵剂在安塞油田现场应用的效果良好,投入产出比1∶2.92,累计增油3768 t,有效改善了使用预交联凝胶颗粒调剖剂出现的问题。图6参14

关键词:裂缝封堵剂;力学性能;柔弹性;安塞油田

中图分类号:TE358+.3 **文献标识码**:A **DOI**:10.19346/j.cnki.1000-4092.2020.02.012

长庆低渗透储层渗透率低,天然微裂缝发育。开发初期,天然微裂缝是建立注采驱替的有利通道;开发中后期,长期注水加剧微裂缝形成优势窜流通道,一方面注入水低效和无效循环,使采油成本大幅增加,另一方面注入水沿裂缝快速推进导致油井快速见水甚至水淹,严重影响油田稳产。近年来,长庆油田应用预交联凝胶颗粒调剖技术在封堵优势窜流通道方面开展了现场试验,但应用过程中表现出预交联凝胶颗粒稳定性差、易破碎,尤其是多轮次实施后效果逐渐变差等问题[1-8]。为克服上述问题,以新型含芳烃单体和特种共聚单体为主剂、过氧化苯甲酰为引发剂制得高强度柔弹性颗粒状的裂缝封堵剂。含芳烃单体和特种共聚单体共聚结构中的柔性成分与刚性骨架互穿渗透,改变了聚丙烯酰胺类预交联凝胶颗粒的高分子线链结构设计,芳烃苯环的引入使得柔弹性颗粒调剖剂的热老化稳定性、耐温耐盐性、抗压强度等性能明显提高。本文主要研究了高强度柔弹性裂缝封堵剂的力学性能,并介绍其在长庆裂缝性见水油藏的应用。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

新型含芳烃单体、特种共聚单体(脂肪族二元醇)、增强剂蒙脱石、过氧化苯甲酰、聚丙烯酰胺,工业级,陕西邦希化工有限公司;预交联凝胶颗粒,工业级,西安长庆化工集团有限公司;长庆安塞油田地层水,矿化度93032 mg/L,离子组成(单位mg/L)为:K^++Na^+ 11832、Ca^{2+} 22289、Mg^{2+} 122、Ba^{2+} 497、Cl^- 58258、HCO_3^- 34。

JS-800特制造粒机,庆阳赛亚机械设备制造有限公司;SH375绍氏硬度计(A型),宏佳永晟(北京)科技有限公司;Instron 3365万能材料试验机,北京

* **收稿日期**:2019-04-18;**修回日期**:2019-05-01。
基金项目:国家科技重大专项课题"低渗-超低渗油藏提高储量动用关键工艺技术"(项目编号2017ZX05013-005)。
作者简介:吴天江(1984–),男,工程师,成都理工大学油气田开发工程专业硕士(2009),从事提高采收率技术研究及应用,通讯地址:710018 陕西省西安市未央区明光路长庆油气院,E-mail:wutianjiang_cq@petrochina.com.cn。

海泰石油新技术开发中心。

1.2 实验方法

(1)裂缝封堵剂的制备

在反应容器中,以30%～35%新型含芳烃单体和50%～55%的特种共聚单体为主剂,加入1%～5%增强剂蒙脱石和0.1%～0.5%引发剂过氧化苯甲酰,在快速升温至85℃的条件下进行引发交联、聚合反应,得到胶状体产物。将胶状体放入特制造粒机,经过骤冷防黏造粒工艺处理,得到颗粒状的裂缝封堵剂。该颗粒封堵剂的表观粒径一般在2～4 mm,主要呈椭球状。颗粒密度为1.018～1.055 g/cm^3,且根据地层水矿化度可调,可较好地悬浮分散在聚丙烯酰胺溶液中,便于现场施工泵注。

(2)裂缝封堵剂力学性能评价

①邵氏硬度。将封堵剂本体胶制成长35 mm、宽15 mm、高6.4 mm的长方体,参照邵氏硬度计测试环境要求[9],将封堵剂本体胶分别在18～28℃条件下恒温放置5 h后,用绍氏硬度计测定邵氏硬度值,数值的估读误差通过标准不确定度进行修正[10]。②流变性能。将裂缝封堵剂的本体胶制成直径20 mm、厚3 mm的圆柱体状,放在流变仪的两个平行板之间,通过震荡应力及频率扫描测定应力—应变关系、储能模量和耗能模量。③形变能力。将裂缝封堵剂的本体胶制成长10 mm、宽5 mm、高10 mm的长方体,用万能材料试验机进行单轴抗拉伸和单轴抗压缩实验,测定试样的断裂伸长率及压缩应力—应变关系曲线,分析裂缝封堵剂的形变能力[11]。实验温度为室温20℃。

2 结果与讨论

2.1 裂缝封堵剂的力学性能

2.1.1 邵氏硬度

温度对封堵剂本体胶邵氏硬度值的影响见图1。可以看出,在18～28℃条件下,封堵剂邵氏硬度在18.6～18.9 HA之间,平均为18.7 HA。随着温度增加,邵氏硬度值变小,但变化幅度非常小,降幅为0.03 HA/℃。低温环境对封堵剂内部构象的影响较弱。封堵剂的硬度较小,柔韧性好,有利于施工泵注,且能根据地层裂缝尺度发生形变而发挥自适应卡堵作用。

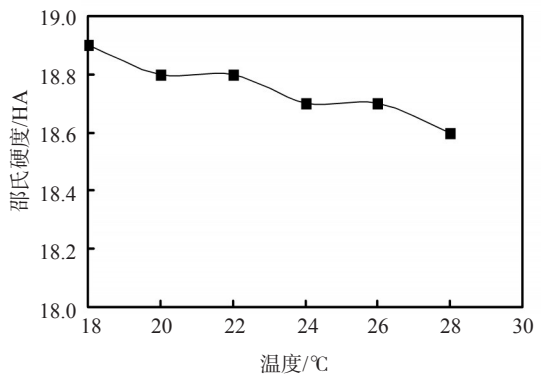


图1 封堵剂的邵氏硬度随温度的变化

2.1.2 剪切应力与应变

固定频率为1 Hz,在20～70℃条件下封堵剂的动态剪切应力—应变关系见图2。随剪切应力增大,应变相应增加,二者总体呈正相关性。在不同温度条件下,二者正相关性的特征有所不同。在20～40℃时,剪切应力加载过程中对应的应变增幅小;在50～70℃时剪切应力加载时对应的应变增幅大。在较低温度条件下,封堵剂只发生弹性变形。随温度升高,由弹性变形转变为塑性变形,并发生屈服流动。屈服流动表明封堵剂内部构象发生变化而非黏性流动,即在应力缓慢增加的同时应变增大的速度加快。

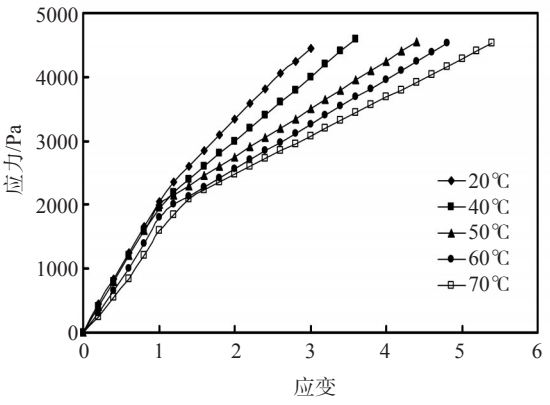


图2 不同温度下封堵剂的动态剪切应力—应变关系

固定频率为1 Hz,在应力分别为3000、4000 Pa的条件下,裂缝封堵剂的储能模量G'和损耗模量G''随温度的变化见图3。随着温度升高,封堵剂的G'逐渐降低。在温度小于40℃时,G'降幅小,从20℃到40℃的降幅为100 Pa。大于40℃以后G'降低速率加快,从40℃到70℃的降幅为600～900 Pa。封堵剂的G''随温度升高总体表现出先降低而后增大

的特点，但降低和增大的幅度均较小，平均温度每上升或下降10℃对应的G''变化幅度约20 Pa。应力分别为3000、4000 Pa的测试结果变化趋势相同。温度对封堵剂G'的影响较大，且温度越高影响越明显，温度对G''的影响较小。表明堵剂的弹性大于黏性，弹性起主导作用。

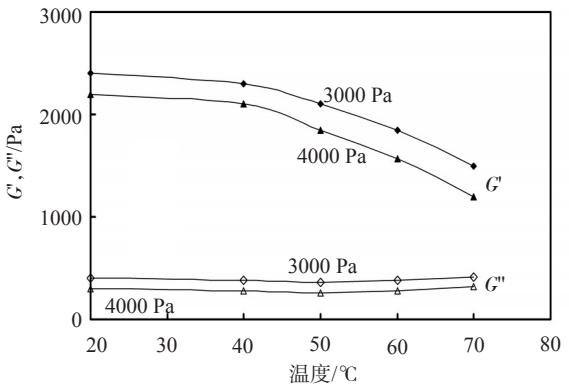


图3 在不同应力下封堵剂储能模量和损耗模量随温度的变化

2.1.3 抗拉伸性和压缩性

用试样在拉伸时的位移值与原长的比值即伸长率作为评价堵剂抗拉伸性的主要指标。当拉伸试样到一定应力时发生断裂，对应的伸长率为断裂伸长率[12-14]。在20℃下封堵剂的抗拉伸能力见图4。随着应力增大，伸长率逐渐增加，二者呈正相关性。第一次测试的断裂伸长率为1358%，对应拉伸应力为1.56 MPa；第二次测试的值为1352%，对应拉伸应力为1.20 MPa。拉伸过程通常是先经过弹性变形阶段，达到屈服点之后发生塑性变形，在达到断裂点后发生断裂。

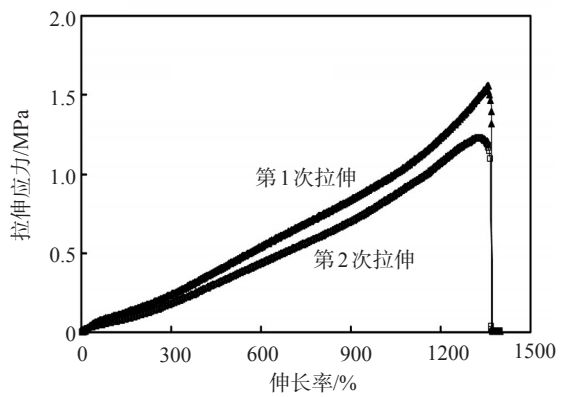


图4 封堵剂伸长率随拉伸应力的变化曲线

在45℃下，裂缝封堵剂和预交联凝胶颗粒的压缩应力与应变曲线见图5。裂缝封堵剂和预交联凝胶颗粒压缩应变均随应力增大而增大。预交联凝胶颗粒在压缩应变大于0.56后开始破碎，应力下降。而裂缝封堵剂应力与应变持续增大，在应力增大过程中颗粒一直被压缩而未出现破碎，说明封堵剂抗压形变能力较好。

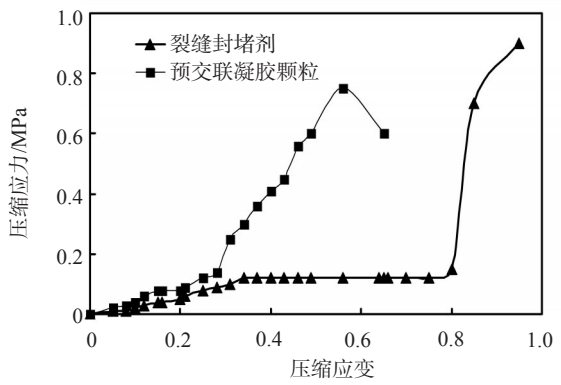


图5 封堵剂的压缩应力—压缩应变曲线

2.1.4 与地层水的配伍性

在恒温45℃的条件下，分别采用自来水和安塞油田地层水浸泡封堵剂，固定频率为1 Hz，定期测定堵剂的G'，结果见图6。随着浸泡时间的延长，自来水和地层水浸泡均使封堵剂G'下降。在1～60 d内，G'保持在约1645 Pa，两种水质浸泡没有明显区别。在60～120 d时间段G'出现小幅下降，120 d以后G'保持稳定。地层水浸泡样品G'的降幅大于自来水浸泡，其中，地层水浸泡样品G'由1645 Pa降至1355 Pa，降幅17.6%。自来水浸泡样品G'由1645 Pa降至1426 Pa，降幅13.3%。地层水矿化度对封堵剂柔弹性的影响较小，现场可以用采出水配制。

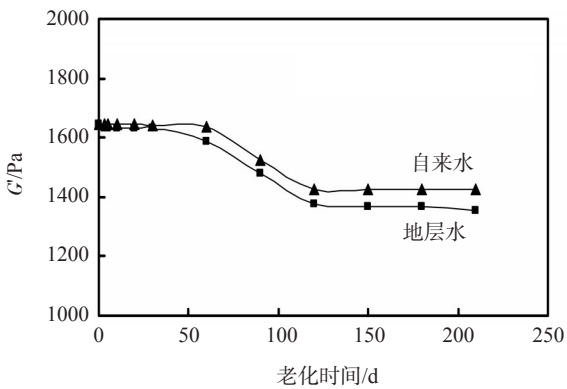


图6 矿化度对封堵剂储能模量的影响

2.2 现场应用

安塞油田王窑加密区油藏埋深1300 m，地层温

度 45℃，平均孔隙度 13.7%，平均渗透率 2.29×10^{-3} μm²，是中国陆上开发最早的特低渗透油藏。区块注水开发近 30 年，综合含水 70%，采出程度 20%，水驱不均矛盾加剧，含水上升加快，稳产难度增大。通过检查井取芯观察，天然微裂缝开启缝宽在 0.3～1 mm 之间，示踪剂监测显示具有多优势通道特征，最大优势通道渗透率为 $(500\sim2600)\times10^{-3}$ μm²。因此，开启微裂缝和优势通道是调驱封堵的主要目标。2016 年，王窑加密区开展了 29 口井高形变柔弹性裂缝封堵剂的现场应用。设计柔弹性堵剂粒径 3～5 mm，注入量 0.2%～0.4%，施工排量 2.5～3 m³/h，单井液量 600～1000 m³。施工过程中将 0.05%聚丙烯酰胺溶液与柔弹性堵剂搅拌混合注入，聚丙烯酰胺溶液主要起增黏、悬浮柔弹性堵剂以及便于携带注入的作用。

29 口井调剖后平均注水压力由 9.0 MPa 上升至 10.8 MPa，升压幅度 1.8 MPa，表明封堵剂对微裂缝及大孔道进行了有效封堵。3 口井调剖前后吸水剖面测定结果表明，吸水厚度由调剖前的 9.85 m 增至 10.96 m，吸水厚度增加 1.11 m。通过柔弹性堵剂封堵微裂缝和大孔道，注入突进得到抑制，油层吸水变得均匀，吸水剖面得到明显改善。调剖后，侧向井王 20-081 地层压力由 6.14 MPa 上升至 7.53 MPa，压力保持水平提高 15.2%。表明在封堵主向微裂缝及大孔道后，侧向油井地层压力保持水平提高，侧向油层实现了水驱的有效波及动用。29 口调剖井对应油井 98 口，见效 46 口，见效率 46.9%，累计增油 3768 t，增油效果明显，投入产出比 1∶2.92，经济效益良好。

3　结论

裂缝封堵剂的硬度较小，柔韧性好，有利于施工泵注，能根据地层裂缝尺度发生形变而发挥自适应卡堵作用。低温环境下裂缝封堵剂邵氏硬度的变化小。温度越高，剪切应力加载对应封堵剂的应变增幅越大，储能模量越小。温度对封堵剂损耗模量的影响较小。堵剂以弹性形变为主，黏性较弱。封堵剂断裂伸长率为 1352%～1358%，对应拉伸应力为 1.20～1.56 MPa。压缩应力增加，应变逐渐增大。封堵剂抗压形变能力较好，在应力增大过程中颗粒一直被压缩而未出现破碎。地层水浸泡对封堵剂柔弹性的影响较小。封堵剂在安塞油田王窑加密区现场应用的效果良好，累计增油 3768 t。

参考文献：

[1] 赵光，由庆，谷成林，等. 多尺度冻胶分散体的制备机理[J]. 石油学报，2017，38(7)：821–829.

[2] 杨海恩，曹丽，张荣，等. 长庆油田堵水调剖技术进展[C]//低渗透油田堵水调剖技术研讨会论文集. 北京：石油工业出版社，2018：3–7.

[3] YOU Qing，TANG Yongchun，DAI Caili，et al. A study on the morphology of a dispersed particle gel used as a profile control agent for improved oil recovery [J]. J Chem，2014：1–9.

[4] 朱怀江，王平美，刘强，等. 一种适用于高温高盐油藏的柔性堵剂[J]. 石油勘探与开发，2007，34(2)：231–233.

[5] 刘玉章，熊春明，罗健辉，等. 高含水油田深部液流转向技术研究[J]. 油田化学，2006，23(3)：248–251.

[6] 朱怀江，程杰成，隋新光，等. 柔性转向剂性能及作用机理研究[J]. 石油学报，2008，29(1)：79–83.

[7] 马红卫，刘玉章，李宜坤，等. 柔性转向剂在多孔介质中的运移规律研究[J]. 石油钻采工艺，2007，29(4)：80–82.

[8] 江厚顺，华成刚. 深部液流转向剂SR-3在官74-4井现场应用[J]. 西部探矿工程，2009(8)：39–42.

[9] 谈建国，盛叶宾，吴黎剑. 邵氏硬度计试验力误差测量结果不确定度评定[J]. 中国计量，2013，6(3)：90–91.

[10] 顾惠昱. 邵氏(A型)橡胶硬度计示值误差测得值不确定度评定[J]. 计量与测试技术，2016，43(2)：69–71.

[11] 马红卫，刘玉章，熊春明，等. 柔性深部液流转向剂SR-3的力学性能[J]. 油田化学，2008，25(1)：67–70.

[12] 彭树文，赵振民，姜春贤. 改性膨润土在丁苯橡胶中的应用[J]. 合成橡胶工业，1997，20(2)：112–114.

[13] 余志伟，贲智萍. HMT增强丁苯橡胶力学性能的研究[J]. 弹性体，2009，19(6)：38–42.

[14] 汤宝林，高君. 浸胶涤纶帘子布纬纱断裂伸长率的影响因素探讨[J]. 合成纤维工业，2011，34(1)：61–63.

（下转第 304 页。to be continued on p.304）

nano-card to the emulsion composed of crude oil and 0.01% stabilizer cetyl trimethylammonium bromide (CTAB). The ultimate dewatering rates of the emulsions slowed down, which decreased from 75.71%—78.57% to 65.71%—72.86%. The stability of emulsion increased and the turbiscan stability index (TSI) value decreased from 4.73—5.64 to 2.71—3.84. The strength of the emulsion film increased and the rheological characteristic of the system changed from viscosity to apparent elasticity. The backscattering spectra of the Pickering emulsions with smart black nano-card could be divided into three regions, such as emulsion demulsification zone, transition zone and emulsion coalescence zone. Smart black nano-card could change the hydrophilic-lipophilic balance of stabilizer, transform W/O emulsion into O/W emulsion and form emulsion with droplet size of 0.1—5 μm, resulting in greatly viscosity reduction of crude oil. Smart black nano-card had hydrophilic-lipophilic amphiphilic property, which could arrange on the liquid film through self-adsorption, increase the strength of liquid film and improve the stability of emulsion.

Keywords: *two-dimensional (2-D) smart black nano-card*; *Pickering emulsion*; *stability*; *Fuyu oilfield*

(上接第253页。continued from p.253)

Mechanical Properties and Application of Fracture Plugging Agent with High Strength and Flexibility

WU Tianjiang[1,2], ZHAO Yanhong[3], SONG Zhaojie[1,2], CHENG Chen[1,2]

(*1. Oil and Gas Technology Research Institute, Changqing Oilfield Branch Company, PetroChina, Xi'an, Shaanxi 710018, P R of China; 2. National Engineering Laboratory of Low Permeability Oil and Gas Field Exploration and Development, Xi'an, Shaanxi 710018, P R of China; 3. Research Institute of Xi'an Changqing Chemical Group Company, Ltd, Xi'an, Shaanxi 710018, P R of China*)

Abstract: In order to improve the poor stability and breakage of pre-crosslinking gel particles and the effect of gradual deterioration after multi-round profile control, a granular fracture plugging agent with high strength and soft elasticity was prepared by using aromatic monomer and special comonomer as main agent and benzoyl peroxide as initiator. The mechanical property of the plugging agent was studied and it was applied in Changqing fractured reservoir. The results showed that the hardness of plugging agent was small and the flexibility was good, which was good for pump injection. The change of shore hardness of plugging agent at low temperature was small. The value of shore hardness was 18.6—18.9 HA at 18—28℃. The strain increment of plugging agent increased and the storage modulus decreased with the increase of temperature. Temperature had little effect on the loss modulus of plugging agent. The elongation at break of plugging agent was 1352%—1358%, and the corresponding tensile stress was 1.20—1.56 MPa. The compressive deformation ability of plugging agent was good. When the compressive stress increased, the strain increased gradually. The salinity of formation water had little effect on the flexibility of plugging agent. The plugging agent had good effect in the field application of Ansai oilfield with the input-output ratio of 1∶2.92 and cumulative oil increment of 3768 t. It had effectively improved the problem of using pre-crosslinking gel particle profile control agent.

Keywords: *fracture plugging agent*; *mechanical property*; *flexibility*; *Ansai oilfield*