

文章编号:1000-4092(2022)02-258-05

吉木萨尔页岩油压裂返排液再利用技术*

李帅帅,杨育恒,陈效领,鱼文军,丁士辉

(中国石油西部钻探井下作业公司,新疆 克拉玛依 834000)

摘要:随着水平井体积压裂技术的推广与应用,压裂液用量越来越大,同时产生大量的返排液,返排液成分复杂,难以高效利用,直接排放会造成环境污染。为了缓解新疆油田压裂用水和降低压裂成本,开展了吉木萨尔页岩油压裂返排液再利用技术研究。对吉木萨尔页岩油区块返排液进行pH调节、硼离子屏蔽、杀菌的处理,然后利用处理后的返排液再次复配胍胶压裂液,通过考察所配制压裂液的溶胀性能、交联冻胶耐温耐剪切和破胶性能确定了利用返排液复配胍胶压裂液的最佳配方,并在J1井进行了现场试验。吉木萨尔页岩油返排液具有高含碱、高含硼、高含菌的特点,通过引入0.06% pH调节剂A、0.08%屏蔽剂C、0.10%高效杀菌剂BLX-1,将返排液的pH值调节至7.0,然后加入0.3%的交联剂XJ-3和0.045%的pH调节剂B。所配制的压裂液的交联时间控制在90~110 s,具有良好的耐温耐剪切性能,成胶后剪切120 min后黏度的依然大于200 mPa·s,且携砂性能良好,破胶液性能满足行业标准。利用页岩油压裂返排液连续混配再利用技术处理返排液 $4.5 \times 10^4 \text{ m}^3$,且所配制的压裂液被成功应用于新疆油田页岩油J1井,为后期页岩油的高效环保开发奠定了基础。

关键词:返排液;页岩油;连续混配;胍胶压裂液;耐高温

文献标识码:A DOI:10.19346/j.cnki.1000-4092.2022.02.012

中图分类号:TE357.1⁺2

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



压裂返排液是增产措施后的主要污染物^[1]。吉木萨尔页岩油储层压裂改造所需水量巨大,仅2019年实施体积压裂改造的28口井入地总液量就超过 $120 \times 10^4 \text{ m}^3$,近几年储层采出水累计 $50 \times 10^4 \text{ m}^3$ 以上。油田采出水中的离子种类复杂,处理难度高、环保压力较大^[2]。从降低环境污染及节约水资源的角度看,对压裂返排液处理再利用是可持续发展的必然趋势^[3]。国内外专家针对压裂返排液的处理开展了大量的研究工作并形成了多种物理、化学处理方法,如臭氧催化氧化技术、膜分离技术、絮凝技术等^[4]。催化氧化是一类高级的污水处理技术,可将其他方法难以消除的物质快速氧化去除,使污水的黏度降低进而加快药剂的传播率^[5]。通过对污水氧

化絮凝、纳米过滤处理技术等,形成了“氧化-絮凝-过滤”压裂返排液处理再利用工艺^[6]。膜分离法是利用膜的选择透过性将小分子或离子从返排液中逐步去除的工艺^[7-9]。但以上处理返排液方法存在成本高、程序复杂的缺点,考虑到现场施工的简便与安全以及新疆油田公司对单井的投资成本,故不适用于吉木萨尔页岩油区块现场返排液的处理。本文先对吉木萨尔页岩油区块返排液进行pH调节、硼离子屏蔽、杀菌的处理,然后利用处理后的返排液再次复配胍胶压裂液,通过考察所配制压裂液的溶胀性能、交联冻胶耐温耐剪切和破胶性能确定了利用返排液复配胍胶压裂液的最佳配方,并在J1井进行了现场试验。

* 收稿日期:2020-01-03;修回日期:2021-04-01。

基金项目:中国石油集团公司重大工程技术专项“吉木萨尔页岩油国家级示范区水平井效益开发关键工程技术集成与试验”(项目编号2020F-50)。

作者简介:李帅帅(1988—),男,工程师,中国石油大学(华东)应用化学专业学士(2011),研究方向为油气田开发,通讯地址:834000 新疆克拉玛依市克拉玛依区前进路34号,E-mail:liss_xk@cnpc.com.cn。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

羟丙基胍胶,山东东营嘉颐有限公司;压裂用有机硼交联剂XJ-03,工业品,新疆克拉玛依市新聚有限责任公司;压裂用杀菌剂BLX-1、XT、KRS-1,工业品,新疆克拉玛依市龙兴有限责任公司;pH调节剂A(柠檬酸或盐酸),pH调节剂B(片碱或纯碱),硼离子屏蔽剂C,实验室自制;压裂返排液取自新疆吉木萨尔页岩油区块现场。

S500型pH计,梅特勒-托利多公司;RS6000型流变仪,美国哈克公司;DK-8D型三温三控水槽,上海博讯实业公司;K100型界面张力仪,德国克吕士公司;HTD13285-12型旋转黏度计,青岛海通达公司;铁细菌(FEB)测试瓶,硫酸盐还原菌(SRB)测试瓶,腐生菌(TGB)测试瓶,北京海富达公司;930型离子色谱仪,瑞士万通公司。

1.2 实验方法

(1) 返排液的分析

按照中国石油行业标准SY/T 5523—2006《油田水分析方法》及SY/T 5329—2012《碎屑岩油藏注水水质指标及分析方法》,利用S500型pH计在室温条件下检测返排液的pH值,利用离子色谱仪检测压裂返排液的离子含量。按照中国石油天然气行业标准SY/T 0532—2012《油田注入水细菌分析方法 绝迹稀释法》测定压裂返排液中细菌含量。

(2) 压裂液配制与评价

在返排液样品中加入适量pH调节剂A、杀菌剂BLX-1或屏蔽剂C,配制质量分数为0.35%的胍胶基液。

首先取100 mL的胍胶基液,利用HTD13285-12型旋转黏度计在室温条件下测定用返排液配制的胍胶基液的黏度以及室温放置一定时间后的黏度;然后向胍胶基液中加入0.3%的交联剂XJ-03形成冻胶,将制备好的冻胶样品放入哈克RS6000流变仪套筒中,在温度120℃、剪切速率170 s⁻¹下剪切120 min,测定压裂液冻胶的流变性能。

在配制好的冻胶中,加入不同量的破胶剂,在温度95℃下测定压裂液冻胶的破胶性能,包括破胶黏度和残渣含量。将破胶液在水浴恒温20℃下预热30 min,利用K100型界面张力仪测定破胶液的助排性能,包括表面张力及其与煤油间的界面张力。

2 结果与讨论

2.1 返排液的组成分析

压裂返排液是含有各种添加剂、破胶剂、交联剂、无机盐等的油田污水^[10]。本实验所用的压裂返排液均取自新疆吉木萨尔,外观呈浅黄色,透亮无悬浮物,刺鼻味弱。经检测分析,压裂返排液的矿化度为17 020 mg/L,主要离子的含量(单位mg/L):K⁺+Na⁺ 4101.20、Ca²⁺ 2526.00、Mg²⁺ 340.00、Cl⁻ 5768.90、SO₄²⁻ 90.60、CO₃²⁻ 188.67、B³⁺ 4005.00,pH值为10.0,SRB菌数为25 000个/mL,FEB菌数为6000个/mL,TGB菌数为250 000个/mL。该压裂返排液的碱性较强,所含阳离子主要为B³⁺、Ca²⁺、K⁺、Na⁺;所含阴离子主要为Cl⁻、CO₃²⁻。

2.2 返排液的处理效果

2.2.1 pH值的影响

返排液的pH对胍胶溶胀有很大的影响,在酸性环境中胍胶的溶胀速率较快,但胍胶分子链易发生降解,使液体黏度降低;而在碱性环境中OH⁻易与胍胶结合而影响其溶胀性能^[11]。吉木萨尔页岩油区块的返排液碱性较强,因此为达到现场配液要求,需向压裂返排液中加入pH调节剂A以降低压裂返排液的pH值。

在返排液样品中加入适量pH调节剂A调节pH值至7~9,然后用不同pH值的返排液配制质量分数为0.35%的胍胶基液,在常温和搅拌速率500 r/min下,胍胶溶胀性能如图1所示。pH值越低,胍胶的溶胀效果越好。pH值≥9时,胍胶基本不溶胀;pH值=8时,胍胶有明显的黏度增强现象,但没有达到应有的正常黏度;pH值=7(pH调节剂A加量为0.06%)时,胍胶初始黏度达到40 mPa·s,完全溶胀。

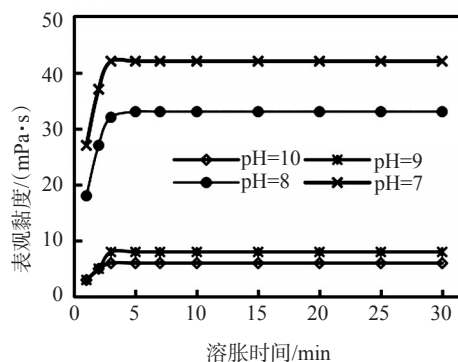


图1 pH值对基液表观黏度的影响

2.2.2 硼离子的影响

压裂返排液中含有大量的硼离子,在采用返排液配液时,硼离子和胍胶及其衍生物会提前发生反应^[12],促使交联时间过短,导致压裂液在管道或井筒中的摩阻增大,消耗大量的动力,同时在连续剪切时压裂液受到剪切速率的变化直接影响其流变性能。因此需向返排液中加入一定量的屏蔽剂C屏蔽硼离子,从而使交联时间在合适范围内。

在返排液样品中加入适量(0.01%~0.12%)屏蔽剂C,用返排液配制质量分数为0.35%的胍胶基液,然后加入0.3%的交联剂XJ-03,屏蔽剂加量对交联时间的影响见图2。当屏蔽剂加量由0.01%增至0.12%时,交联时间由低于20 s增至高于140 s。区块压裂目的层埋深在2500~3000 m,施工排量16 m³/min,为了有效降低压裂液在高压管汇或井筒中的摩阻,交联时间应控制在90~110 s,因此屏蔽剂C用量以0.08%为宜。

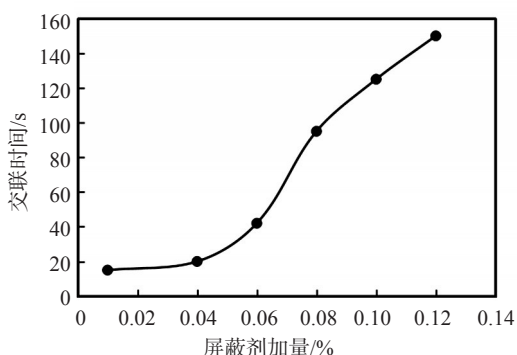


图2 屏蔽剂加量对交联时间的影响

2.2.3 细菌的影响

压裂液黏度的降低与细菌的关系很大,细菌在适宜生存环境下会使胍胶高分子迅速降解,从而导致压裂液的黏度急剧下降。页岩油区块返排液含菌量大,SRB菌数为25 000个/mL,FEb菌数为6000个/mL,TGB菌数为250 000个/mL,故需要向返排液中加入杀菌剂以解决压裂液黏度保持难度大的问题。

在返排液样品中加入适量(0.05%或0.10%)杀菌剂BLX-1或LRS-1,然后用返排液配制质量分数为0.35%的胍胶基液,基液黏度随放置时间的变化见图3。从图3可以看出,随放置时间的延长,未加杀菌剂的基液黏度降低迅速,而加入0.10%的高效季铵盐类杀菌剂BLX-1的基液黏度降低速率相对

较缓,6 h后黏度从峰值42 mPa·s降至20 mPa·s。

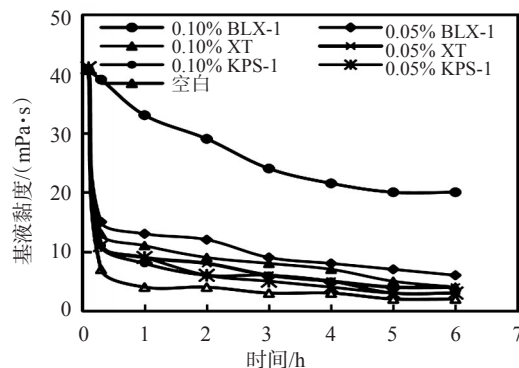


图3 不同杀菌剂对压裂液基液黏度的影响

杀菌剂BLX-1具有良好的稳定性,使用安全,在量足的情况下能够消除返排液中的SRB、FEB、TGB细菌。由于现场施工运用连续混配工艺,完全满足现配现用,基液腐败速率大大降低,入井液体质量有所保障。

因此,向压裂液返排液中加入0.06% pH调节剂A、0.08%屏蔽剂C和0.10%杀菌剂BLX-1对返排液进行处理,再采用处理过的返排液配制压裂液基液。

2.3 压裂返排液配制压裂液及性能评价

2.3.1 pH调节剂B的影响

向返排液配制的压裂液基液中加入0.3%的交联剂XJ-3和一定量(0.030%~0.045%)的pH调节剂B,pH调节剂B加量对交联性能的影响见表1。随pH调节剂B加量的增大,交联时间逐渐延长,pH调节剂B加量以0.045%为宜,所形成的冻胶交联后挑挂良好,弹性好。

表1 不同pH调节剂B加量下的交联时间以及挑挂状态

pH调节剂B加量/%	交联时间/s	交联状态
0.030	89	可挂,脆且易碎
0.035	93	挑挂较好,易碎,呈疙瘩状
0.040	98	挑挂良好,可挂时间较短
0.045	102	挑挂良好,弹性好

2.3.2 耐温耐剪切性能

分别用返排液配制的压裂液和用清水配制的压裂液所形成冻胶的耐温耐剪切性能测试结果见图4,温度120℃、剪切速率170 s⁻¹。由图4可知,用返排液配制压裂液和用清水配制压裂液的耐温耐剪切性能相当,剪切黏度始终保持在200 mPa·s以上,均具有良好的携砂能力和流变特性。

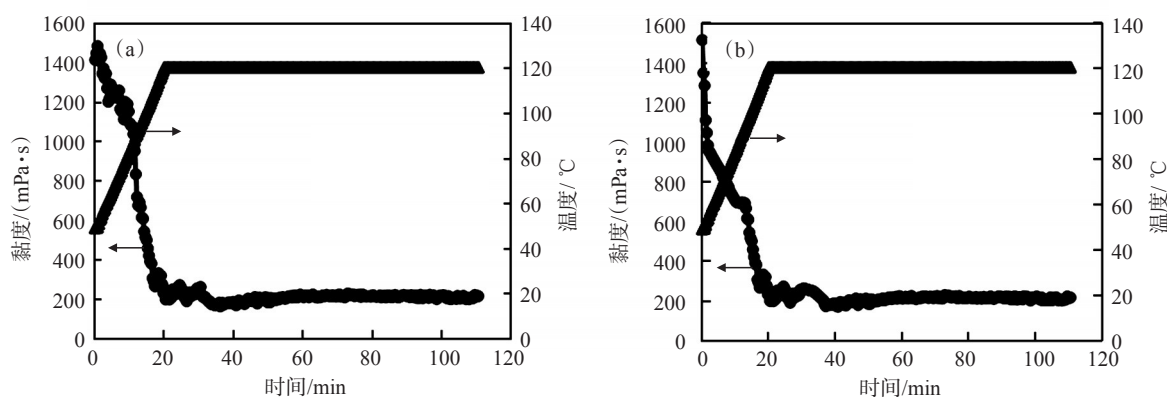


图 4 返排液再配液(a)和清水配液(b)的耐温耐剪切性能

2.3.3 破胶性能

在上述配制好的冻胶中,加入不同量的破胶剂 KJWP,利用 DK-8D 型三温三控水槽,实验室设定恒温水浴 95 °C。KJWP 加量为 0.01% 和 0.015% 时,破胶处理 4 h 还未完全破胶,KJWP 加量为 0.02% 时,破胶处理 4 h 后完全破胶,破胶液黏度为 3.37 mPa·s,残渣含量为 387 mg/L,破胶液的表面张力为 21.04 mN/m,与煤油间的界面张力为 2.5 mN/m,符合中国石油天然气行业标准 SY/T 7627—2021《水基压裂液技术要求》(破胶液表面张力 ≤ 32 mN/m,与煤油间的界面张力 ≤ 3 mN/m)。

2.3.4 现场应用效果

2020 年 4 月,对吉木萨尔页岩油区块的 J1 井进行了压裂储层改造施工。施工前,先对现场蓄水池初次调节,在进水口加入一定量的 pH 调节剂 A,并在不同区域取 24~30 个点以保障水质稳定。在立式罐的多个取样口取样进行水质检测和配液实验,实现二次调控。根据立式罐的水样检测结果,混配车利用液添泵再次吸入 pH 调节剂 A,高效杀菌剂 BLX-1、屏蔽剂 C 作补充调节,在混配车排出口取样检测配液质量,实现三次调控,有效保障了入井液体质量的稳定可靠。现场检测压裂液基液的黏度范围为 39.0~48 mPa·s,pH 值为 6.5~7.0,交联时间为 90~110 s,挑挂性能良好。

J1 井施工共计泵入压裂液入井液量 4.93×10^4 m³,处理返排液 4.5×10^4 m³,累计加砂量 3500 m³。图 5 是该井第 5 级施工曲线。从图 5 可以看出,排量达到 13 m³/min 时,压力为 77~80 MPa,压力比较平稳。J1 井储层改造的顺利进行表明返排液再配液体系能满足吉木萨尔页岩油区块水平井的施工要

求。在此次现场应用试验中,页岩油压裂返排液达到了 100% 配液重复利用率。截至 2020 年 12 月 11 日,J1 井已连续生产 185 d,远远高于该区块水平井新井投产的平均产量,效果显著,提高了储层有效改造体积和生产效果,说明采用压裂液返排液配制压裂液对页岩油储层的开发具有很好的适用性。

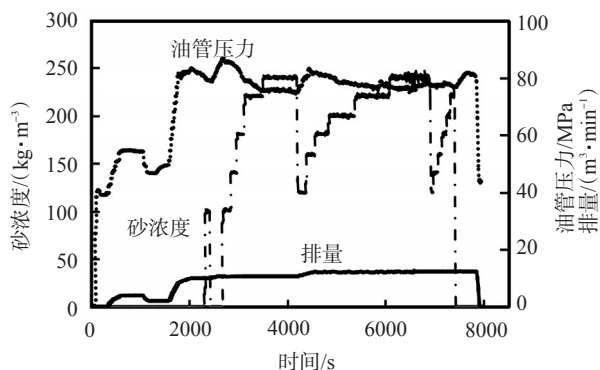


图 5 J1 井的压裂施工曲线

3 结论

新疆吉木萨尔页岩油区块返排液具有高含硼、高含碱、高含菌的特点,利用返排液直接配制的压裂液无法溶胀,基液黏度不能满足现场施工要求。向压裂液返排液中加入 0.06% pH 调节剂 A、0.08% 屏蔽剂 C 和 0.10% 杀菌剂 BLX-1 对返排液进行处理,再采用处理过的返排液配制压裂液基液,然后加入 0.3% 的交联剂 XJ-3 和 0.045% 的 pH 调节剂 B,所制得的压裂液具有良好的耐温耐剪切性能,成胶后剪切 120 min 后的黏度依然大于 200 mPa·s,且携砂性能良好,破胶液性能满足行业标准。

压裂返排液再配液技术现已应用于吉木萨尔页岩油区块的 J1 井,并取得了良好的增产效果,有

效的处理方法不仅可以节约水资源还可控制返排液对环境的污染。

参考文献:

- [1] 杨俊杰. 一种处理油田压裂返排液的新方法研究[D]. 沈阳: 沈阳工业大学, 2015, 1.
- [2] 卫秀芬. 压裂酸化措施返排液处理技术方法探讨[J]. 油田化学, 2007, 24(4): 384-388.
- [3] 尧君. 压裂返排液再配液技术的研究应用[J]. 工业水处理, 2017, 37(8): 89-92.
- [4] 王文强, 黄彬, 熊丙祥, 等. 页岩气压裂返排液处理技术研究现状及展望[J]. 化工管理, 2019(1): 73-74.
- [5] NEYENS E, BAEYENS J. A review of classic Fenton's peroxidation as an advanced oxidation technique [J]. J Hazard Mater, 2003, 98(1): 33-50.
- [6] 石升委, 杜佳佳, 康定宇, 等. 页岩气压裂返排液再利用处理技术研究[J]. 现代化工, 2018, 38(3): 110-113.
- [7] 张丽, 马鲁英. 油田压裂返排液的常用处理方法[J]. 石化技术, 2016, 23(12): 242.
- [8] LIU M, ZHU H, DONG B, et al. Submerged nanofiltration of biologically treated molasses fermentation wastewater for the removal of melanoidins[J]. Chem Eng J, 2013, 223(3): 388-394.
- [9] LAPIŠOVÁ K, VLCEK R, KLOZOVÁ J, et al. Separation techniques for distillery stillage treatment[J]. Czech J Food Sci, 2006, 24(6): 261-267.
- [10] 卜有伟, 郝以周, 吴萌, 等. 红河油田压裂返排液回用技术研究[J]. 石油天然气报, 2014, 36(6): 139-142.
- [11] 唐洪彪. pH对羟丙基胍胶压裂液性能影响研究[D]. 成都: 西南石油大学, 2016: 17-18.
- [12] 程超. 压裂返排液重复利用工艺研究[D]. 西安: 西安石油大学, 2019: 31.

Reutilization Technology of Flowback Fluid from Jimusaer Shale Oil Fracturing

LI Shuaishuai, YANG Yuheng, CHEN Xiaoling, YU Wenjun, DING Shihui

(Downhole Service Company, Xibu Drilling Engineering Company Limited, PetroChina, Karamay, Xinjiang 834000, P R of China)

Abstract: With the development and application of volumetric hydraulic fracturing in horizontal wells, more and more fracturing fluid is being used and a lot of flowback fluid is produced. The composition of flowback fluid is complex, and It's hard to use efficiently. Direct discharge will cause environmental pollution. In order to relieve the shortage of water and reduce the fracturing cost in Xinjiang oilfield, the reutilization technology of flowback fluid from Jimusaer Shale oil fracturing was studied. After chemical treatment, such as pH adjustment, boron ion shielding and sterilization, the fracturing flowback fluid of Jimsar shale oil block was used to prepare guar gum fracturing fluid. Through investigating the swelling performance, the temperature and shear-resistance and the gel breaking performance, the best formula of guar gum fracturing fluid was determined. Then the field test was carried out at well J1. According to the characteristics of high alkali content, high boron content and high bacteria content of Jimsaer shale oil flowback fluid, the injection of 0.06% pH regulator A, 0.08% shielding agent C and 0.10% efficient fungicide BLX-1 was carried out, the pH of the flowback fluid was adjusted to 7.0; then 0.3% cross-linking agent XJ-3 and 0.045% pH regulator B were added. the cross-linking time of the fracturing fluid prepared with the treated flowback fluid could be controlled within 90—110 s, and the viscosity of the fracturing fluid after gelation was still greater than 200 mPa·s after shearing for 120 min, indicating that the fracturing fluid had good performance of temperature tolerance, shearing resistance and proppant carrying capacity. Furthermore, it also possessed perfect gel breaking performance and could meet the industry standard. By using continuous mixing and reuse technology of shale oil fracturing fluid, $4.5 \times 10^4 \text{ m}^3$ fracturing flowback fluid was reused, moreover, the prepared fracturing fluid had successfully applied to shale oil well J1 of Xinjiang oilfield, which layed the groundwork for efficient and environmentally friendly development of shale oil in future.

Keywords: *flowback fluid; shale oil; continuous mixing; guar gum fracturing fluid; high temperature resistant*