

文章编号:1000-4092(2022)03-504-06

页岩油压裂采出液低温生物破乳剂的制备与性能评价*

宫兆波¹, 胡楚霄², 严忠¹, 武禹含², 郭进周¹, 李琴琴³, 夏文杰², 李国强², 马挺²

(1. 中国石油新疆油田分公司实验检测研究院, 新疆 克拉玛依 834000; 2. 南开大学生命科学学院, 天津 300071;
3. 新疆科力新技术发展股份有限公司, 新疆 克拉玛依 834000)

摘要:为了减少常规油田化学剂对环境的污染,提高油田采出液破乳效率和降低成本,根据新疆玛东区块页岩油压裂采出液的复杂情况,在满足环境安全的基础上,利用瓶试法对10种通过微生物发酵生成的生物破乳剂进行筛选评价,同时对菌发酵液和纯化提取物进行了破乳效果对比。研究了生物破乳剂和常规化学破乳剂的复配破乳效果,并对破乳工艺进行了优化。结果表明,由XJ-4菌合成的生物破乳剂XJ-4-2(糖脂类化合物)与玛东区块采出液有较好的配伍性,脱水率大于80%。在60℃、破乳时间为120 min的条件下,XJ-4-2与化学聚醚类破乳剂复配体系对原油的脱水率约95%。通过投加工艺的优化,在50℃、加药量为200 mg/L的条件下,原油热化学沉降2 h后的脱水率增加,剩余原油含水率和污水含油量降低。生物破乳剂在低温下的脱水率高、污水含油率低,改善了玛东区块压裂采出液快速低温脱水的难题。

关键词:页岩油;生物破乳剂;破乳;脱水率

文献标识码:A DOI:10.19346/j.cnki.1000-4092.2022.03.021

中图分类号:TE624

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



0 前言

我国已发现的低渗透油气田占新发现油气藏的一半以上,低渗透油气田产能建设规模已占油气田产能建设规模总量的70%以上,成为我国油气开发建设的主战场。压裂改造技术是低渗透油田试油配套技术的核心组成部分,也是提高单井产量和增加可采储量的关键技术^[1]。压裂助剂伴随在采出液中,致使采出液乳状液乳化类型复杂、稳定性高,常规破乳技术和破乳剂难以发挥破乳效果,且随压裂液浓度的增大,脱水时间延长,破乳效果变差。

工业上最常用的方法是使用化学破乳剂进行破乳。但随着采出液破乳难度的提高,化学破乳剂的用量大幅增加,对生态环境造成巨大负担。经过

油田工作者几十年的奋斗,新疆油田已成为年产原油千万吨级的大油田,环保压力巨大,因此微生物采油技术等高新技术的应用已成为必然趋势^[2-3]。针对压裂采出液的环保型高效破乳剂研发,对提高油田生产运行技术水平、降低运行成本、减少环境污染和逐步实现油田开发的清洁生产有重要意义。

微生物破乳技术是利用微生物细胞本身或其代谢过程以及代谢产物实现破乳^[4]。国际上在这一领域的研究十分活跃。自20世纪80年代起,Cooper等发现诺卡氏菌 *Nocardia amarae* 具有生物破乳活力^[5],包括红球菌、微球菌、球拟酵母等在内的破乳菌种陆续被发现^[6-8]。国内的微生物破乳剂研究约在20世纪90年代末起步,马挺^[9]、黄翔峰^[10-12]等陆续筛选出多株具有生物破乳活性的菌种。生物表

* 收稿日期:2021-01-19;修回日期:2021-03-29。

基金项目:国家自然科学基金“嗜热脱氮地芽孢杆菌NG80-2的厌氧解烃机制研究”(项目编号41773080)。

作者简介:宫兆波(1975—),男,高级工程师,东北石油大学化学工程专业学士(1998),研究方向为提高采收率与油田水处理,通讯地址:834000 新疆克拉玛依市新疆油田公司实验检测研究院, E-mail: gzhaobo@petrochina.com.cn。马挺(1977—),男,教授,本文通讯联系人,南开大学微生物学专业博士(2004),研究方向为油田系统微生物学,通讯地址:300071 天津市南开区卫津路94号南开大学生命科学学院,电话:022-23508870, E-mail: tingma@nankai.edu.cn。

面活性剂是微生物发酵代谢产物中最有应用前景的一类物质, 具有化学方法难以合成的化学基团, 其性能良好、生产成本低、环境污染小、油水破乳功能显著。研究表明, 生物表面活性剂与化学破乳剂复配以后之所以能显著地提高乳状液的破乳脱水速率和脱水效率, 就在于生物表面活性剂的引入能较显著地改变油水界面的性质, 较大程度地降低油水界面张力^[13-14]。

本文以新疆玛东区块压裂采出液为对象, 从生物表面活性剂发酵制备及其破乳性能展开研究, 通过菌种筛选、培养、纯化、以及复配得到以微生物发酵制品为核心的微生物破乳体系。研究了生物破乳剂和常规化学破乳剂的复配破乳效果, 并对破乳工艺进行了优化。对玛东区块含页岩油压裂采出液的高效分离、保证油田的正常运行和经济效益具有重要意义。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

硝酸钠(NaNO_3)、磷酸氢二钾(K_2HPO_4)、磷酸二氢钾(KH_2PO_4)、磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)、磷酸二氢钠(NaH_2PO_4)、无水硫酸镁(MgSO_4)、无水氯化钙(CaCl_2)、钼酸钠(Na_2MoO_4)、硫酸铵($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$)、酵母粉、蛋白胨、氯化钠(NaCl)、琼脂粉、三氯甲烷(CHCl_3)、无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 分析纯, 上海麦克林生化科技有限公司; 甘油, 分析纯, 上海阿拉丁生化科技股份有限公司; 豆油, 中粮佳悦(天津)有限公司; 乳化剂(Span80)、氯仿、甲醇、硫酸、高氯酸、盐酸、正丁醇、乙酸, 分析纯, 天津市风船化学试剂科技有限公司; 茚三酮、蒽酮、钼酸铵, 分析纯, 天津市汇杭化工科技有限公司; 现场使用的聚醚化学破乳剂, K-1、K-2 和 K-3 为分子量为 7025、5843、6497 Da 的三羟甲基丙烷聚醚, K-4 为环氧聚醚, K-1—K-3 由安徽鸿煦生物科技有限公司提供, K-4 由新疆科力新技术发展股份有限公司提供。LB(固体)培养基组成(单位 g/L, 后同): 胰蛋白胨 10、酵母提取物 5、NaCl 10(琼脂粉 15), pH 值为 7.0; 甘油培养基组成: 甘油 30.0、 NaNO_3 8.0、 K_2HPO_4 1.0、 NaH_2PO_4 1.0、 MgSO_4 0.2、 CaCl_2 0.1、 Na_2MoO_4 0.1, pH 值为 7.0; 蔗糖培养基组成: 蔗糖 30.0、 Na_2HPO_4 1.5、 KH_2PO_4 3.4、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 4.0、 MgSO_4 0.07、酵母粉 0.05, pH 值为 7.0。

台式离心机, 美国 Eppendorf 公司; 超净工作

台, 苏州净化设备有限公司; 恒温水浴锅, 北京化玻联医疗器械有限公司; 移液器, 美国 Gilson 公司; 高压灭菌锅, 重庆雅马拓科技有限公司; 电子分析天平, 北京赛多利斯仪器有限公司; 数显电热培养箱, 上海锦屏仪器仪表有限公司; LHZ-180 恒温振荡器, 江苏太仓市实验设备厂; J2-MC 高速冷冻离心机, 美国 Beckman 公司; 发酵罐, 上海百伦生物科技有限公司; GJ-3S 数显高速搅拌机, 青岛恒泰达机电设备有限公司; JK99 型全自动表面张力仪, 上海中晨数字技术设备有限公司等。

1.2 实验方法

1.2.1 模型乳液的制备

(1) 原油模型乳状液的配制。将玛东区块现场采出液采集后立即密封并常温运送至实验室。利用高速搅拌机在 10 000 r/min 下搅拌 20 min, 形成黑褐色乳状液。经蒸馏法测得该乳状液含水率为 19.84%, 稀释法鉴定乳状液类型为 W/O 型乳状液。

(2) 煤油模型乳状液的配制。以前述所测原油含水量为基础配制煤油模型乳状液, 即在 60 mL 煤油与 40 mL 蒸馏水的混合液中加入 1.67 g Span 80, 在 10 000 r/min 下搅拌 1 min, 可形成乳白色液体。经染色法(沙黄)鉴定为 W/O 型乳状液^[9]。

1.2.2 生物破乳菌的筛选

选取的生物破乳剂生产菌为嗜油极小单胞菌、红球菌、铜绿假单胞菌、乙酸不动杆菌、芽孢杆菌、鞘氨醇单胞菌、布氏乳杆菌、肠杆菌、链霉菌、迪茨氏菌。其中, 红球菌、铜绿假单胞菌、乙酸不动杆菌、芽孢杆菌、肠杆菌分离自大港、陆梁油田废水样, 由南开大学保藏; 嗜油极小单胞菌、布氏乳杆菌、链霉菌、迪茨氏菌购自美国菌种保藏中心(American Type Culture Collection)。按照如下步骤进行生物破乳剂的初步筛选评价。

(1) 在装有 5 mL LB 培养基的摇瓶中接入 100 mL 待筛选的菌种, 于 37 °C、200 r/min 的摇床中培养 24 h 后转接至 LB 固体培养基中划线培养 48 h。(2) 在装有 100 mL 发酵培养基(甘油或蔗糖培养基)的摇瓶中接入划线培养所得单菌落, 于 37 °C、150 r/min 的摇床中培养 5 d 后得到全培养液, 作为生物破乳剂初步优化样品。(3) 根据李旭^[4]、黄翔峰^[10]等提出的方法, 采用煤油模型乳状液进行生物破乳剂的初选。若 120 min 的脱水率 $\geq 70\%$, 则说明该全培养液对 W/O 型乳状液具有较好的破乳能力, 进入下一步

筛选。(4)对破乳能力较好的全培养液采用原油模型乳状液进行筛选,若全培养液120 min的脱水率 $\geq 70\%$,则说明该全培养液对原油模型乳状液具有较好的破乳能力,用于下一步生物破乳剂的制备与复配优化。

1.2.3 生物破乳剂的制备

通过生物破乳剂的初步筛选得到能合成最优生物破乳剂的菌种。为了提高破乳效果,将生物破乳剂进行发酵合成、提纯。(1)在装有5 mL LB培养基的试管中加入100 mL筛选所得菌种,于37℃、200 r/min的摇床中培养24 h制得种子液。(2)在装有100 mL发酵培养基(蔗糖培养基或甘油培养基)的摇瓶中接入2 mL种子液,于37℃、150 r/min的摇床中培养24 h。(3)在装有5 L发酵培养基的发酵罐中接入100 mL扩大培养所得种子液,于37℃、150 r/min的条件下培养7 d。(4)将发酵液在8000 r/min下离心10 min,上清液经0.45 μm 滤膜过滤,再加入等体积的氯仿、甲醇(甲醇、氯仿体积比为2:1)的混合溶液萃取,充分震荡萃取,5000 r/min离心20 min,将下层萃取液置于40℃旋转蒸发仪中除去混合溶液,获得微生物破乳剂。不同菌种生产的破乳剂分别编号为XJ-1—XJ-10。

1.2.4 表面张力的测定和蛋白、脂质与糖类的定性

(1)参照国家标准GB/T 22237—2008《表面活性剂 表面张力的测定》,利用拉环法测定表面张力。(2)蛋白定性。用茚三酮法定性检测产物中可能存在的氨基酸成分。将10 mg纯化样品溶解于少量超纯水中,在硅胶板上点样,晾干后用0.1%茚三酮溶液润湿,110℃加热10 min,显色即代表产物中有蛋白质成分。(3)脂定性。用钼酸铵-高氯酸显色法检测可能存在的脂类成分。将10 mg纯化样品溶解于少量超纯水中,在硅胶板上点样,晾干后,在钼酸铵-高氯酸溶液(溶液A:2 g钼酸铵溶解于25 mL超纯水中;溶液B:1 mol/L HCl;溶液C:6% HClO;显色剂:25 mL溶液A、30 mL溶液B和15 mL溶液C混合均匀)中快速湿润,于105℃中加热20 min,若显色则表明产物中含有脂质成分。(4)糖定性。利用硫酸-蒽酮法检测产物中可能存在的糖组分。将5 mg纯化样品加入2 mL 2 mol/L硫酸溶液中,115℃酸解24 h;将酸解后的产物烘干配制为100 mg/mL的样品溶液,在硅胶板上点样、烘干后进行层析检

测。展层剂由正丁醇、乙酸、水按体积比75:15:10配制而成。层析结束后喷洒硫酸-蒽酮显色剂(1 g蒽酮试剂溶于50 mL 60%硫酸溶液中),晾干,80℃显色10 min。若显色则表明产物中含有糖组分。

1.2.5 破乳剂评价

参照石油天然气行业标准SY/T 5280—2018《原油破乳剂使用性能检测方法(瓶试法)》进行脱水评价实验,破乳实验以脱水率作为评价指标。在100 mL带刻度的具塞量筒中加入50 mL原油模型乳状液,按照200 mg/L的加量,加入不同比例微生物破乳剂与化学破乳剂的复配体系,加塞后用力振荡200次,使破乳剂与原油模型乳状液充分混合,置于60℃恒温水浴中,120 min后读取脱出水的体积,以脱水率作为评价指标确定优化配方成分^[14-16]。对优化配方的破乳工艺进行优化,比较0~200 mg/L的加药量下分别在40~60℃恒温水浴中破乳120 min后的脱出水体积,以脱水率作为评价指标确定优化工艺,并以现场使用的化学破乳剂作参比。

2 结果与讨论

2.1 生物破乳菌种的筛选

生物破乳剂生产菌的初步筛选结果如图1所示。以蔗糖为碳源的XJ-3、以甘油为碳源的XJ-4和XJ-5具有较好的破乳能力。其中,对煤油模型乳状液120 min的脱水率分别为58.5%、88.5%和93.0%;对原油模型乳状液120 min的脱水率分别为53.0%、86.5%和82.5%。综合比较3株菌在煤油模型乳状液与原油模型乳状液的破乳速度和脱水率,同时考虑到发酵原料成本,确定XJ-4菌为最优生物破乳剂产生菌。

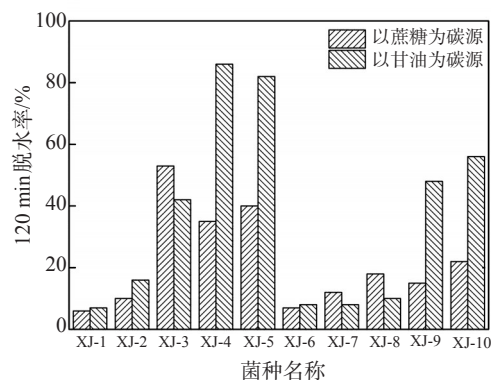


图1 原油模型乳状液对不同碳源培养的生物破乳菌种的筛选结果

从 XJ-4 以甘油为碳源发酵得到的全培养液中, 离心分离出菌体和上清液, 将上清液过滤彻底除菌, 用发酵培养基重悬菌体。测得菌体重悬液、除菌上清液、全培养液的原油模型乳状液 120 min 的脱水率分别为 15.5%、78.0% 和 81.3%。黄翔峰等^[10]认为生物破乳剂的破乳能力主要来源于菌体本身和其代谢产物, 而代谢产物多已分泌到培养基中。由此可知, 对生物破乳菌种 XJ-4 而言, 上清液中的代谢产物是影响其破乳能力的主要因素。

按照试管、摇瓶和发酵罐的顺序对 XJ-4 进行逐级放大培养, 分别以 LB 培养基和发酵培养基作为空白对照。当发酵液的 OD₆₀₀ (在 600 nm 波长下的吸光度值) 在 0.4~0.6 之间时, 认为 XJ-4 处于生长旺盛期, 即进行转接。进入发酵罐发酵后, 每 24 h 取样 20 mL, 测定 OD₆₀₀ 和表面张力。可观察到 0~3 d 的 OD₆₀₀ 由 0 逐渐增至 1, 4~7 d 的 OD₆₀₀ 基本未发生明显改变; 0~3 d 的表面张力维持在 65 mN/m 左右, 4~7 d 的表面张力逐渐降至 30 mN/m 左右。通过分离和纯化得到生物破乳剂提取物 XJ-4-2, 其破乳效果如表 1 所示。在 60 °C 和加药量 400 mg/L 的条件下, XJ-4-2 的脱水率优于 XJ-4 的全培养液和 XJ-4 除菌上清液。XJ-4-2 在超纯水中稀释不同倍数的脱水率差异较大。当稀释后的质量分数为 0.2% 时, 采出液中总含水率增加, 破乳难度增加, 使得在脱水量增加的情况下脱水率下降。表明微生物的发酵产物需要经过提纯以降低含水率后再用于原油脱水领域。XJ-4 的全培养液的脱水率高于其除菌上清液。这是由于与除菌上清液相比, 全培养液中仍含有具有一定破乳效果的细菌菌体。0.2% XJ-4-2 的脱水率介于 XJ-4 的全培养液和除菌上清液之间, 表明额外添加的有机酸、醇等破乳辅助剂可以有效提高脱水率。

表 1 玛东区块的含压裂液采出液生物破乳实验结果

药剂名称	加药体积/mL	不同时间(min)的脱水量/mL			脱水率/%
		30	60	120	
XJ-4 全培养液	5	5.0	10.5	11.5	83.7
XJ-4 除菌上清液	5	4.5	9.0	10.5	78.1
0.2% XJ-4-2	5	5.0	10.5	11.0	81.8
1% XJ-4-2	1	4.0	8.5	10.0	87.4

注: 取样时间为 2019 年 8 月, 原油初始含水率为 21.88%, 油水界面均齐整。

刘畅等^[17]发现表面张力法可定量评价生物破乳菌的破乳能力, 并且生物破乳现象与生物表面活性之间存在内在联系。一般认为能将培养基的表面张力降至 40 mN/m 以下的菌株具有高生物表面活性^[10]。常温(25 °C)常压下, XJ-4 的全培养液、除菌上清液、0.2% XJ-4-2 与 1% XJ-4-2 稀释液的表面张力分别为 31、30、28、23.2 mN/m。XJ-4 全培养液的表面张力与其除菌上清液相近, 表明 XJ-4 的破乳活性物质主要存在于其除菌上清液中。1% XJ-4-2 的表面张力低于未添加有机酸、醇等破乳辅助剂的全培养液与除菌上清液。这与有机酸、醇的表面张力较低, 作为破乳辅助剂可以有效辅助破乳有关。0.2% XJ-4-2 的表面张力与其全培养液与除菌上清液接近。

在对 XJ-4-2 进行蛋白、糖类和脂质的定性实验中, XJ-4-2 与 0.1% 茚三酮溶液未发生显色反应, 与钼酸铵-高氯酸溶液和硫酸-萘酚溶液发生显色反应; 而水与 3 种溶液均未发生显色反应。由此可以推断生物破乳剂提取物 XJ-4-2 是一种糖脂类化合物。

通过破乳实验和表面张力的测定, 可以发现 XJ-4-2 对玛东区块的含压裂液采出液具有较好的破乳效果, 是一种环境友好的糖脂类微生物破乳剂, 具有良好的应用价值。

2.2 生物破乳剂与化学破乳剂的复配破乳效果

为降低原油脱水成本和提高破乳效果, 考察微生物破乳剂 XJ-4-2 与化学破乳剂的复配破乳效果, 结果如图 2 所示。取样时间为 2020 年 5 月, 原油初始含水率为 19.84%。K-1 单独使用时的脱水率较高。K-1 与其他破乳剂复配得到 8、9、10 组别, 其脱水率相较 K-1 单独使用均有所降低。K-3 单独使用

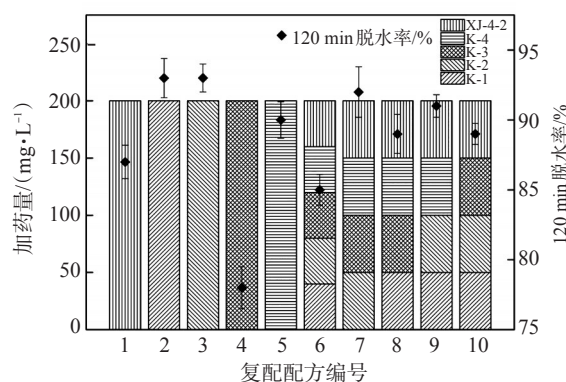


图 2 玛东区块含压裂液采出液复合破乳初筛实验结果

时的脱水率较低。与其它破乳剂复配后,如8、10组别的破乳率低于没有K-3的9组别,而复配配方中包含K-3的7组别破乳率与无K-3的9组别的差距较小。故在复配配方中排除K-1和K-3,选择K-2和K-4与XJ-4-2复配。

XJ-4-2与K-2、K-4复配实验结果如图3所示。当K-4在配方中占比较大时,原油脱水率较低;XJ-4-2与K-4在配方中占比较大时,原油脱水率均高于80%。由于XJ-4-2的主要成分在环境中可降解,且成本较低,故选其作为主要成分。综上,XJ-4-2、K-2、K-4最佳体积比为3:1:1,此时复配破乳剂120 min的脱水率为95.6%,油水界面清晰整齐。

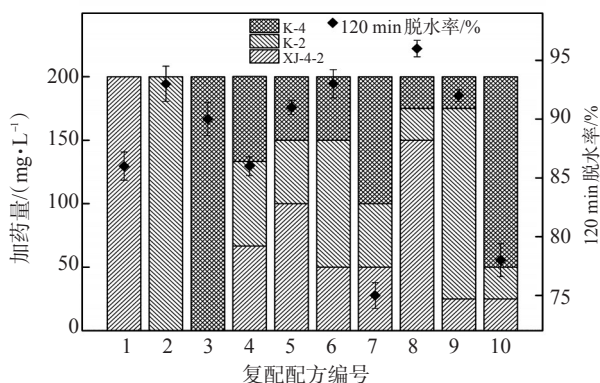


图3 玛东区块的含压裂液采出液复配破乳实验结果

2.3 复配破乳剂的工艺优化

对最佳配方复配破乳剂的破乳工艺进行优化。为确定复配破乳剂的最佳加药量和最佳破乳温度,分别在40~60℃按照瓶试法进行实验。由图4可见,在50℃与60℃、复配破乳剂加药量为200 mg/L条件下的破乳率以及60℃、复配破乳剂加药量为100 mg/L条件下的破乳率分别为93.74%、

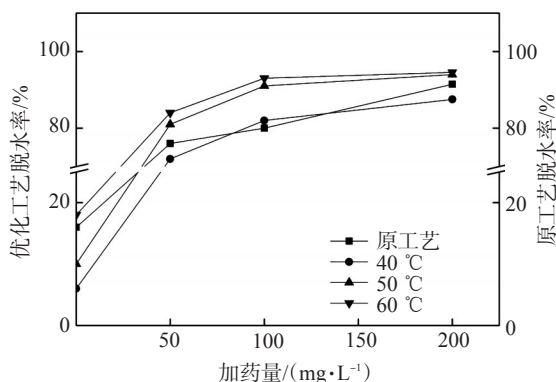


图4 玛东区块的含压裂液采出液复配破乳工艺优化实验结果

94.56%和92.41%,均高于原始工艺,即60℃、化学破乳剂加药量为200 mg/L、破乳120 min的脱水率(91.45%)。综合考虑各条件下的破乳率以及优先考虑降低破乳温度从而显著降本增效,选择50℃、加药量200 mg/L作为优化后的破乳工艺。

用蒸馏法测定油中含水率、分光光度法测定水中含油率,将优化工艺破乳除油效果与使用化学破乳剂的原始工艺进行对比,结果如表2所示。由表2可见,优化工艺破乳剂的各项参数均优于原始工艺。与原始工艺相比,使用优化工艺的复配破乳剂处理后,水样含油量降低31.6%,脱水率提高3.40%,油去除率提高18.8%,油中含水率降低78.2%,在保证破乳效果的前提下破乳温度降低10℃。

表2 破乳剂配方优化前后的破乳除油效果对比

破乳剂	破乳温度/℃	处理后水样含油量/(mg·L ⁻¹)	脱水率/%	油去除率/%	处理后油中含水率/%
复配破乳剂	50	156	94.56	89.6	1.84
化学破乳剂	60	228	91.45	75.4	8.43

注:处理前水样含油量为326 mg/L、油中含水率为19.84%,破乳时间2 h。

3 结论

XJ-4-2、K-2、K-4体积比为3:1:1的微生物破乳剂在破乳温度50℃、加药量200 mg/L的条件下具有较高的环保性、较低的成本、较好的破乳效果和较好的应用价值。破乳工艺改进后,原油热化学沉降2 h后的脱水率增加,剩余原油含水率和污水含油量降低。

参考文献:

- [1] 王淦. 油气田储层压裂改造及配套技术分析[J]. 中国石油和化工标准与质量, 2020, 40(20): 151-153.
- [2] 万云洋, 徐飞艳, 王洪关, 等. 系列微生物快速测试瓶技术在长庆油田的应用[J]. 油气田环境保护, 2020, 30(5): 10-12.
- [3] 郑伟, 高阳, 杨靖, 等. 微生物防蜡降黏技术在A区块的研究与应用[C]//宁夏回族自治区科学技术协会. 第十六届宁夏青年科学家论坛石化专题论坛论文集. 宁夏: 石油化工应用杂志社, 2020: 4.
- [4] 李旭. 生物破乳剂的开发及破乳效能的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2008: 2-4.

- [5] STEWART A L, GRAY N, CAIRNS W L, et al. Bacteria-induced de-emulsification of water-in-oil petroleum emulsions [J]. *Biotechnol Lett*, 1983, 5(11): 725-730.
- [6] DUVNJAK Z, KOSARIC N. De-emulsification of petroleum water in oil emulsions by selected bacterial and yeast cells [J]. *Biotechnol Lett*, 1987, 9(1): 39-42.
- [7] KOSARIC N, DUVNJAK Z, CAIRNS W. De-emulsification of complex petroleum emulsions by use of microbial biomass [J]. *Environ Prog*, 1987, 6(3): 33-38.
- [8] DAS M, DAS S K, MUKHERJEE R K. Surface active properties of the culture filtrates of a micrococcus species grown on *n*-alkanes and sugar [J]. *Bioresour Technol*, 1998, 63(3): 231-235.
- [9] 马挺, 梁凤来, 奚艳伟, 等. 红球菌PR-1菌株破乳性能研究[J]. *环境科学*, 2006, 27(6): 153-158.
- [10] 黄翔峰, 闻岳, 杨葆华, 等. 破乳菌种TR-1的筛选与破乳性能实验研究[J]. *油田化学*, 2006, 23(2): 40-43.
- [11] 黄翔峰, 程航, 陆丽君, 等. 利用稳定性分析仪研究化学破乳过程[J]. *化工进展*, 2010, 6(5): 42-47.
- [12] HUANG X F, ZHANG J L, PENG K M, et al. Functional magnetic nanoparticles for enhancing ultrafiltration of waste cutting emulsions by significantly increasing flux and reducing membrane fouling [J]. *J Membr Sci*, 2019, 573: 73-84.
- [13] 郭东红, 丁颖, 辛浩川, 等. 高效原油破乳剂GE189的制备与应用研究[J]. *化学通报*, 2002, 65(5): 49-52.
- [14] 曾浩见, 彭丹, 铁磊磊, 等. 高效低温破乳剂的筛选与评价[J]. *化学与生物工程*, 2020, 37(11): 55-60.
- [15] 汪庐山, 冯逸茹, 徐闯, 等. 聚醚低温破乳剂的合成及性能评价[J]. *油田化学*, 2020, 37(3): 490-494.
- [16] 斯绍雄, 宫兆波, 严忠, 等. 新疆油田三元复合驱采出液乳化及破乳影响因素[J]. *油田化学*, 2018, 35(1): 139-143.
- [17] 刘畅, 李旭, 马放, 等. 生物破乳剂产生菌筛选及其效能检测方法的评价[J]. *北京工业大学学报*, 2012, 38(4): 602-606.

Development and Evaluation of Cryogenic Microbial Demulsification Using in Shale Oil Production Fracturing Fluid

GONG Zhaobo¹, HU Chuxiao², YAN Zhong¹, WU Yuhan², GUO Jinzhou¹, LI Qinqin³, XIA Wenjie², LI Guoqiang², MA Ting²

(1. Experimental Detection Research Institute of Xinjiang Oilfield Company, PetroChina, Karamay, Xinjiang 834000, P R of China; 2. College of Life Sciences, Nankai University, Tianjin 300071, P R of China; 3. Xinjiang Keli New Technology Development Company, Ltd, Karamay, Xinjiang 834000, P R of China)

Abstract: In order to meet the demand for demulsification and cost of oilfield chemicals in Xinjiang oilfields and reduce the environmental pollution, this article based on the environmental safety and the complex situation of shale oil fracturing produced fluids in Madong block of Xinjiang. Ten kinds of biodemulsifiers synthesized by microbial fermentation were screened and the evaluated by the bottle test method. The demulsification of the fermentation broth and the purified extract was compared. Meantime, the compound demulsification effect of biological demulsifier and conventional chemical demulsifier was studied, and then the process of demulsification was optimized. The results showed that the biodemulsifier XJ-4-2 synthesized by XJ-4 bacteria had good compatibility with the extracted fluid from Madong block. The dehydration rate was more than 80%. Under the condition of 60 °C and 120 min demulsification time, the dehydration rate of the compound system containing biological demulsifier XJ-4-2 and chemical polyether demulsifier reached near 95%. Under the condition of 50 °C, 200 mg/L dosage and 2 h thermochemical sedimentation, the water content of remaining crude oil and oil content of sewage were decreased. The biological demulsifier had high dehydration rate and low oil content in sewage at low temperature, which improved the problem of rapid low-temperature dehydration of shale oil fracturing produced fluids in Madong block.

Keywords: shale oil; biological demulsifier; demulsification; dehydration rate