

魔芋粉复合凝胶调剖剂的研制及性能评价

王 彪¹, 刘国宝²

(1. 中国石化江苏油田分公司 石油工程研究院, 江苏 扬州 225009; 2. 东北石油大学 石油工程学院, 黑龙江 大庆 163318)

摘要:在非均质性强的油藏开采过程中,聚合物凝胶调剖技术被广泛利用,但是在有些高温高盐油藏的调剖过程中,由于盐敏效应和高温降解作用,现有的聚合物封堵体系不能实现有效封堵油藏中的大孔道。以魔芋粉为主要原料制备一套凝胶体系(魔芋粉 5.0 g/L+聚丙烯酰胺 2.0 g/L+苯酚 3.5 g/L+甲醛溶液 10.0 g/L+2.5 g/L 腐殖酸钠)。经检测,凝胶被加热到 90~120 ℃后,黏度仍较好;对 NaCl、MgCl₂ 和 CaCl₂,具有一定的抗盐能力;在 120 ℃恒温持续加热 20d,凝胶析水量低于 10%,说明其具有良好的抗老化性能。通过室内双管并联调剖驱油实验可知:注入 0.5PV 凝胶封堵后,低渗填砂管中驱替流体流量显著增加,采收率提高了 16.6%,说明该凝胶能够有效地封堵油藏的大孔道区域。

关键词:聚合物凝胶;调剖;耐盐抗温;封堵率

中图分类号:TE357.46 **文献标志码:**A **文章编号:**1671-1807(2021)01-0269-04

当前,中国多数稠油油田蒸汽驱开发到中后期,含水率不断升高且伴有汽窜,为使注入蒸汽能量得到最大利用,必须采取相应调剖技术措施防止汽窜的发生^[1-2]。魔芋粉中含有魔芋葡甘聚糖,它是一种有机高分子,易溶于水,溶液黏度很高,其溶胶属于热胶凝性溶胶,魔芋粉凝胶具有弹性,强度适中等特性,并且成本低来源广,可生物降解^[3]。尽管多年来随着石油行业的发展,调剖堵水剂多种多样,但依旧有着许多缺点需要解决。凝胶可在地下、地面或近井地带等形成凝胶,因此可根据地层需要,通过控制添加剂的加入量控制交联体系交联时间的长短,使其在期望的地层形成凝胶封堵地层^[4-5]。使魔芋粉与适量聚丙烯酰胺和适当的交联剂反应,可形成良好的封堵型凝胶,能够封堵稠油油藏大孔道,弥补其他封堵剂的一些缺点。中国许多稠油油藏内的地层水具有较高的矿化度,含盐量较高,对调剖凝胶的抗盐能力也提出了较高的要求,亟待开发抗盐凝胶体系^[6]。因此针对高温高含盐地层,研制满足调剖要求的新型环保凝胶体系,并对其使用性能进行评价。

1 魔芋粉凝胶的制备

1.1 实验药品及仪器

本实验中所用药品见表 1。实验所用仪器见表 2。

表 1 实验化学药品

药品	规格	厂家
魔芋粉	99%	河南金润食品添加剂有限公司
聚丙烯酰胺	化学纯	胜利化工
苯酚	分析纯	天津市永大化学试剂开发中心
甲醛	37.0%~40.0%	沈阳市华东试剂厂
腐殖酸钠	99%	天津市光复精细化工研究所
NaCl	99.5%	沈阳市华东试剂厂
MgCl ₂ ·6H ₂ O	98%	沈阳市华东试剂厂
CaCl ₂	96%	沈阳市华东试剂厂

表 2 实验所用仪器设备

仪器	型号	生产厂家
恒温磁力搅拌器	85-2 型	常州丹瑞实验仪器设备有限公司
非等温驱油实验装置	ZJ-Ⅱ 型	南通市中京机器有限公司
高温热反应釜	45 mL	上海予名仪器设备有限公司
高温高压流变仪	HAAKE RheoStress 6000	Thermo Fisher Scientific
平流泵	2PB00C 系列	北京卫星制造厂
压力监测系统	HB-1	江苏宏博机械制造有限公司
活塞容器	ZR-Ⅲ 型	南通市中京机械有限公司
直联高速旋片式真空泵	2XZ-8 型	北京仪器厂北京北仪真空设备厂

收稿日期:2020-09-04
基金项目:国家自然科学基金(51274070)
作者简介:王彪(1982—),男,浙江永嘉人,中国石化江苏油田分公司石油工程研究院,副研究员,研究方向:提高油气采收率技术、油田化学。

269

本实验中,以魔芋粉为主剂,添加聚丙烯酰胺和腐殖酸钠两种助剂,拟合成一种复合型调剖剂。聚丙烯酰胺的加入有利于提高凝胶体系的耐盐性能。腐殖酸钠的加入有利于提高凝胶体系的抗温性能^[7]。实验中使用苯酚与甲醛作交联剂,其交联机理是甲醛与水及酰胺基团作用生成二醇和胺醇,进一步和苯酚作用生成主要以醚键交联的化合物,这种方法适合在 90~150 ℃ 的高温油藏中使用^[8]。

1.2 组分优化试验

通过改变所需药品各组分用量进行组分优化实验,观察在不同组分用量的条件下的成胶时间来确定凝胶各组分的最优配比,正交实验方案的因素和水平见表 3。实验步骤:根据正交实验方案的剂量称取药品,将称好的药品倒入烧杯中,使用磁力搅拌器恒温 25 ℃ 搅拌 2 h 制备凝胶溶液,再将凝胶溶液放入加热烘箱 90 ℃ 恒温加热观察成胶时间。根据 HSE 环境保护,对废弃凝胶做好回收处理,不可随意丢弃污染环境^[9-10]。

表 3 正交实验因素与水平

水平	A 魔芋粉 浓度/ (g·L ⁻¹)	B 聚丙烯 酰胺浓度/ (g·L ⁻¹)	C 苯酚 浓度/ (g·L ⁻¹)	D 甲醛 浓度/ (g·L ⁻¹)	E 腐殖酸 钠浓度/ (g·L ⁻¹)
1	3.0	2.0	2.5	8.0	1.0
2	4.0	3.0	3.0	9.0	1.5
3	5.0	4.0	3.5	10.0	2.0
4	6.0	5.0	4.0	11.0	2.5

正交实验结果见表 4。由表 4 可见,各组分对成胶时间影响的顺序为:魔芋粉>腐殖酸钠≈聚丙烯酰胺>苯酚≈甲醛。

通过上面的各组分浓度优化实验数据,可以根据成胶时间最短为目标,总结出一个最终的魔芋粉凝胶配方:5.0 g/L 魔芋粉、2.0 g/L 聚丙烯酰胺、3.5 g/L 苯酚、10.0 g/L 甲醛溶液、2.5 g/L 的腐殖酸钠。制作凝胶的方法便是取 1 000 mL 蒸馏水,先加入 5.0 g 魔芋粉 25 ℃ 恒温搅拌 10 min,再依次加入 10.0 g 甲醛溶液、2.0 g 聚丙烯酰胺、2.5 g 腐殖酸钠和 3.5 g 苯酚,25 ℃ 恒温加热搅拌 2 h 得到魔芋粉凝胶溶液,将得到的魔芋粉凝胶溶液放到 90 ℃ 恒温烤箱中加热 19 h 以上即可。

2 魔芋粉凝胶的性能评价

2.1 实验设计

2.1.1 耐温性能评价

本实验对蒸馏水制备的魔芋粉凝胶体系分别

在 90 ℃、100 ℃、110 ℃、120 ℃、130 ℃、140 ℃、和 150 ℃ 温度下持续加热 50 h 进行耐温性实验,检测该凝胶体系在不同温度下的黏度变化,以此来评价该凝胶体系耐温性能。

表 4 正交实验结果和分析

编号	A/ (g·L ⁻¹)	B/ (g·L ⁻¹)	C/ (g·L ⁻¹)	D/ (g·L ⁻¹)	E/ (g·L ⁻¹)	成胶时 间/h
1	3.0	2.0	2.5	8.0	1.0	24.0
2	3.0	3.0	3.0	9.0	1.5	23.6
3	3.0	4.0	3.5	10.0	2.0	23.3
4	3.0	5.0	4.0	11.0	2.5	23.0
5	4.0	2.0	3.0	10.0	2.5	16.0
6	4.0	3.0	2.5	11.0	2.0	23.0
7	4.0	4.0	4.0	8.0	1.5	21.0
8	4.0	5.0	3.5	9.0	1.0	20.5
9	5.0	2.0	3.5	11.0	1.5	18.5
10	5.0	3.0	4.0	10.0	1.0	19.0
11	5.0	4.0	2.5	9.0	2.5	19.6
12	5.0	5.0	3.0	8.0	2.0	20.0
13	6.0	2.0	4.0	9.0	2.0	18.0
14	6.0	3.0	3.5	8.0	2.5	17.0
15	6.0	4.0	3.0	11.0	1.0	22.0
16	6.0	5.0	2.5	10.0	1.5	20.6
成 胶 时 间	K ₁	23.5	19.1	21.8	20.5	21.4
	K ₂	20.1	20.7	20.4	20.4	20.9
	K ₃	19.3	21.5	19.8	19.7	21.1
	K ₄	19.4	21	20.3	21.6	18.9
	R	4.2	2.4	2.0	1.9	2.5

2.2.2 抗盐性能评价

本实验研究了魔芋粉凝胶体系在不同盐离子(NaCl、MgCl₂·6H₂O、CaCl₂)及不同浓度下,在 120 ℃ 恒温下 24 h 的黏度变化,考察不同盐离子在不同浓度下对凝胶的影响。

2.1.3 老化性能评价

本实验将配置好的魔芋粉复合凝胶体系放在 120 ℃ 下,密闭恒温放置 30 d(加氮气保护),定期检测凝胶的析水量,以析水量多少来评价凝胶的抗老化性能。

2.2 实验结果

2.2.1 耐温性能

凝胶的耐温性是评价凝胶性能的重要参数,在地温较高的储层,凝胶必须要有一定的耐温性才能够在地层中维持它的封堵性能,如若耐温性较差,则凝胶注入地层后将失去其封堵性能,无法有效提高采收率。耐温性能评价结果见图 1。

由图 1 可以看出,加热温度在 90 ℃ 以上时随着加热温度不断地提高,凝胶的黏度首先升高,当温

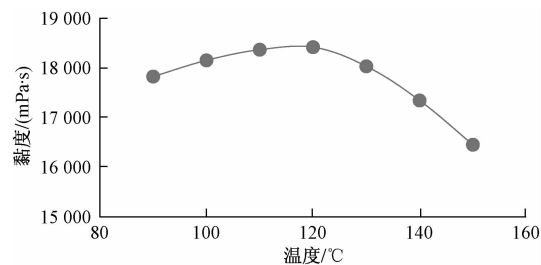


图1 温度对凝胶黏度的影响

度升高到 120 ℃ 以后,凝胶黏度不断地下降,在 120 ℃ 时凝胶黏度最高,说明该凝胶体系最佳使用温度为 120 ℃ 左右。总体来说,该凝胶体系在 90~120 ℃ 下仍具有较好的黏度,说明该凝胶体系具有良好耐温性能。

2.2.2 耐盐性能

1)NaCl 浓度对凝胶黏度的影响。凝胶在 NaCl 浓度 5 g/L、10 g/L、15 g/L、20 g/L 时黏度见表 5。

表5 NaCl 浓度对凝胶黏度的影响

NaCl 浓度/(g·L ⁻¹)	5	10	15	20
黏度/(mPa·s)	15 756	16 472	13 646	9 185

由表 5 可以看出,随着 NaCl 浓度不断升高,凝胶的黏度先升高后降低且在 10 g/L 时出现极大值,可见该体系凝胶在 Na⁺ 低浓度时黏度提高;这可能是由于 Na⁺ 的加入使得体系内 HPAM 分子更加活跃,分子链得到更大化的舒展,黏度有少许提升,但随着 Na⁺ 继续增加,盐敏效应不断增强,盐敏效应对双电层的压缩作用大于 HPAM 扩散双电层的排斥作用,使之双电层不断压缩,HPAM 分子形成紧密的线团,稠化能力降低,黏度下降。该体系凝胶在 NaCl 浓度为 5~15 g/L 时,黏度仍保持在 10 000 mPa·s 以上,具有良好的抗 NaCl 性能。

2)MgCl₂·6H₂O 浓度对凝胶黏度的影响。凝胶在 MgCl₂·6H₂O 浓度 0.5 g/L、1.0 g/L、1.5 g/L、2.0 g/L 时黏度见表 6。

表6 MgCl₂·6H₂O 浓度对凝胶黏度的影响

MgCl ₂ ·6H ₂ O 浓度/(g·L ⁻¹)	0.5	1.0	1.5	2.0
黏度/(mPa·s)	13 457	12 182	10 576	7 803

由表 6 可见,随着 MgCl₂·6H₂O 浓度升高,凝胶黏度开始变化不大后迅速降低,由于盐敏效应,Mg²⁺ 带有两个电荷,相比同浓度的 Na⁺ 而言,Mg²⁺ 的盐敏效应对聚合物的影响会更强,因此在 MgCl₂·6H₂O 浓

度升高时凝胶的黏度就会下降很快。该凝胶体系在 MgCl₂·6H₂O 浓度低于 1.5 g/L 时,黏度仍保持在 10 000 mPa·s 以上,具有一定的抗镁盐能力。

3) CaCl₂ 浓度对凝胶黏度的影响。凝胶在 CaCl₂ 浓度 0.5 g/L、1.0 g/L、1.5 g/L、2.0 g/L 时的黏度见表 7。

表7 CaCl₂ 浓度对凝胶黏度的影响

CaCl ₂ 浓度/(g·L ⁻¹)	0.5	1.0	1.5	2.0
黏度/(mPa·s)	12 845	11 058	8 048	6 760

由表 7 可以看出,该凝胶随着 CaCl₂ 浓度不断增加,黏度开始变化不大后迅速降低。由于盐敏效应,Ca²⁺ 带有两个正电荷,而 Na⁺ 带有一个,因此 Ca²⁺ 对聚合物的影响要比 Na⁺ 对聚合物的影响要大,因此 CaCl₂ 浓度较低时便对聚合物有着很大的影响。该凝胶体系在 CaCl₂ 浓度低于 1.0 g/L 时,黏度仍保持在 10 000 mPa·s 以上,具有一定的抗钙盐能力。

2.2.3 抗老化性能

凝胶的老化性能是评价凝胶体系性能中的重要性能参数,凝胶体系的老化性能将决定着凝胶能否在地层中稳定存在并长期保持其一定的封堵性能。抗老化性能评价实验结果见图 2。

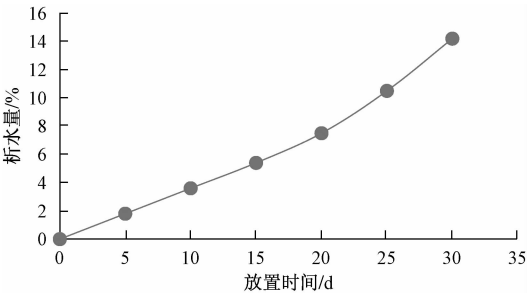


图2 不同放置时间下的凝胶析水量

由图 2 可以看出,随着放置时间的延长,凝胶的析水量不断增多。由于复合凝胶体系内部固定了大量的自由水,高温下长时间放置,凝胶内部三维交联结构逐渐被破坏,固定自由水的能力逐渐降低,因此析水量不断增加。整体来看,在高温放置 20 d 以内时,析水量低于 10%,说明该复合凝胶具有良好的热稳定性和抗老化性能。

3 封堵性能评价

采用本文研制的魔芋粉复合凝胶调剖剂,针对两种不同渗透率岩心进行封堵实验,调剖剂注入量 0.5PV,在 120 ℃ 下候凝 24 h,然后测定封堵率和突破压力梯度。实验结果见表 8,可见两个不同渗透率岩心的封堵率都达到 90% 以上,说明封堵效果良好。

表 8 封堵实验结果

编号	渗透率/ μm^2		封堵率/%	突破压力梯度/ ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1}$)
	封堵前	封堵后		
1	1.22	0.06	95.08	12.43
2	2.15	0.19	91.16	9.52

4 驱油实验

进行双管并联调剖驱油实验时,用两个填砂管模拟油藏岩心,并联进行调剖驱油,填砂管参数见表 9,驱油温度 90℃,原油黏度 1250 mPa·s。

操作步骤:首先将填砂管饱和水、饱和油;然后进行第一次水驱油,当高渗填砂管出口含水率大于 98%后,停止驱油;注入 0.5 PV 封堵剂,120℃候凝 24 h,封堵后进行第二次驱油,当低渗填砂管出口含水率大于 98%时,实验结束,计算各阶段单管原油采收率。调剖前、后两阶段各管原油采收率统计结果见表 10。

表 9 实验岩心参数

填砂管	类型	孔隙度/%	渗透率/ μm^2	含油饱和度/%
1#	高渗	44.1	2.18	83.33
2#	低渗	39.4	1.23	70.86

表 10 双管并联驱油实验结果

填砂管	类型	驱替流体分流率/%		采收率/%	
		调剖前	调剖后	调剖前	调剖后
1#	高渗	71.2	22.6	35.8	5.4
2#	低渗	28.8	77.4	20.3	16.6

由表 10 中采收率数据分析可知,双管并联驱油实验中,调剖后,由于注入的封堵剂大部分进入了高渗填砂管,高渗填砂管的水窜被控制,更多驱替流体转入低渗填砂管中,提高了低渗填砂管的原油采收率。注入 0.5 PV 封堵剂后,低渗填砂管采收率提高了 16.6%,证明该堵剂适用于非均质油藏的高效开发。

5 结论

1)通过正交试验,得到魔芋粉复合凝胶配方:魔芋粉 5.0 g/L+聚丙烯酰胺 2.0 g/L+苯酚 3.5 g/L+甲醛溶液 10.0 g/L+2.5 g/L 腐殖酸钠。

2)耐温实验表明该凝胶体系耐温可达到 120℃;抗盐实验表明凝胶体系对 NaCl、MgCl₂、CaCl₂等油藏内常见盐类具有一定的抗盐能力;并且该凝胶体系也具有一定的抗老化能力。

3)在蒸汽驱双管并联实验中,注入 0.5 PV 封堵剂后,低渗填砂管中驱替流体流量显著增加,采收率提高了 16.6%,提高采收率效果明显。

参考文献

[1] 吕斌. 浅层疏松砂岩稠油油藏聚合物驱矿场试验效果评价[J]. 科学技术与工程,2019,19(10):82—88.

[2] 赵雅军,陈庆,张博,等. 油田化学堵水调剖技术综述[J]. 中国石油和化工标准与质量,2014,34(1):83.

[3] 刘国宝,孙铭泽. 耐温凝胶体系的研制及性能评价[J]. 油田化学,2019,36(2):194—197.

[4] 夏翠. 可用于油田采油用的耐高温凝胶的制备与性能研究[D]. 武汉:武汉理工大学,2011.

[5] 梁守成,吕鑫,陈冠中,等. 一种新型二次交联凝胶体系的合成与应用[J]. 科学技术与工程,2017,17(4):189—193.

[6] 张承丽,王鹏,宋国亮. 高矿化度下弱凝胶体系调剖性能研究[J]. 石油化工,2019,48(1):59—64.

[7] 廖月敏,付美龙,杨松林. 耐温抗盐凝胶堵水调剖体系的研究与应用[J]. 特种油气藏,2019,26(1):158—162.

[8] 张建国,余维初,罗跃. 3 种交联剂与 HPAM 溶液交联后的调驱效果[J]. 石油钻采工艺,2004,26(4):66—68.

[9] 郑建强. 浅谈石油企业建立 HSE 体系的重要性[J]. 中国石油和化工标准与质量,2018,38(8):66—67.

[10] 陈思雅,苏高申,陈志刚,等. 长庆油田采出污泥凝胶型调剖体系的研发及应用[J]. 科学技术与工程,2019,19(33):170—178.

Preparation and Performance Evaluation ofKonjak Powder Composite Gel Profile Control Agent

WANG Biao¹, LIU Guo-bao²

(1. PetroleumEngineering Research Institute, Jiangsu Oil Field Branch, Sinopec, Yangzhou Jiangsu 225009, China;
2. College of Petroleum Engineering, Northeast Petroleum University, Daqing Heilongjiang 163318, China)

Abstract: During the recovery of high heterogeneity oil reservoir, polymer gel profile control technology has been used widely, but the existing polymer plugging system can't seal the large pore channels effectively due to salt sensitivity effect and high temperature degradation. The gel system (konjac powder 5.0 g/L, polyacrylamide 2.0 g/L, phenol 3.5 g/L, formaldehyde solution 10.0 g/L, sodium humus 2.5 g/L) was prepared from konjac powder as the main raw material. The gel viscosity is still good after be heated at 90~120℃. The gel is salt tolerance to NaCl, MgCl₂ and CaCl₂. Water released quantity of the gel is below 10% after being heated at 120℃ for 20d, which shows the gel system has good anti-aging performance. Through indoor steam drive double-tube parallel experiment, we can know that the flow rate of driving fluid increased significantly in low permeability sand pack and the oil recovery increased 16.6% after plugging by 0.5 PV gel, which indicates that the gel system can block the large pores area in reservoir effectively.

Key words: polymer gel; profile control; salt and temperature tolerance; plugging rate