

НАФТОГАЗОВА СПРАВА

Розробка нафтових та газових родовищ

УДК 622.276.1

ВИВЧЕННЯ ПРИДАТНОСТІ ДИСПЕРСНИХ БІТУМНИХ МАТЕРІАЛІВ ДЛЯ ТАМПОНУВАННЯ ВИСОКОПРОВІДНИХ ТРІЩИН У НАФТОВОМУ ПОКЛАДІ

В. С. Бойко, Н. Я. Заливаха

*Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу;
76019, м. Івано-Франківськ, вул. Карпатська, 15;
тел. +380 (3422) 4-21-95*

За даними опублікованих характеристик і результатами лабораторних досліджень встановлено відповідність подрібнених пом'якшувача, структуроутворювача і рубракса вимогам до керованих дисперсних систем, котрі придатні для тампонування високопровідних тріщин у нафтовому покладі.

***Ключові слова:** підвищення коефіцієнта нафтовилучення, створення потоковідхилювальних бар'єрів у покладі.*

Вступ

Забезпечення України власним видобутком нафти є не тільки актуальною техніко-економічною проблемою, але й політичною. Наша держава володіє ще достатніми запасами і ресурсами нафти [1]. Основним і найефективнішим методом розробки нафтових покладів безсумнівно вважається витіснення нафти із покладів водою або водними розчинами різних активних домішок, що дає змогу підвищити кінцеве нафтовилучення на 25-30%, тобто приблизно потроїти порівняно з режимами виснаження [2]. Але кінцевий коефіцієнт нафтовилучення із тріщинувато-пористих і тріщинних пластів, а тріщинуватість у тій чи іншій мірі притаманна всім гірським породам (окрім сипких) і виступає

як гранична проникнісна неоднорідність пустотного простору, є на 25-30% меншим, ніж з аналогічних родовищ із пористими колекторами (тріщинуватість слабо виражена), що пояснюється передчасними проривами витіснювальних агентів [3].

Формулювання проблеми

Тріщинуватість пластів вважають основною причиною, яка зумовлює низьку ефективність заводнення та обмежує чи стримує застосування методів підвищення нафтовилучення [3, 4]. Звідси актуальною є ідея створення способів тампонування (закупорювання) високопровідних тріщин на відстані від свердловини у глибині пласта, висловлена М.Л. Сургучовим, Ю.П. Желтовим та одним із авторів цієї статті, а відтак у роботі [5] сформульовано новий науковий напрям. Суть його полягає в тому, що для регулювання процесу витіснення нафти необхідно створювати потоковирівнювальні (потоковідхилювальні) бар'єри шляхом тампонування високопроникних тріщин на основі використання дисперсних систем, переважно суспензій.

Ми розрізняємо два принципових підходи до розв'язування проблеми тампонування тріщин, а саме: а) локальне діяння на привибійну зону пласта; б) створення потоковідхилювальних бар'єрів на відстані від свердловин у глибині пласта (регіонально у міжсвердловинних зонах).

У даний час відомо багато різних тампонувальних матеріалів для діяння на привибійну зону. Механізми створення перешкод для руху води ґрунтовані на відомих фізичних явищах і хімічних реакціях (взаємодія реагентів між собою чи з пластовими флюїдами і породою, полімеризація, поліконденсація, диспергування, топлення, кристалізація, коагуляція, гідрофобізація та ін.) Перешкоди можуть бути представлені гелем, емульсією, піною, дисперсним осадом чи твердим тілом. Ці матеріали можуть бути на основі різних смол (ТС-9, ТС-10), розчинів полімерів (гіпан, ПАА, метас, тампакрил тощо), органічних сполук (в'язка розгазована нафта; вуглеводні розчинники, насичені мазутами, бітумом, парафіном-міцела; емульсії нафти; нафтосірчанокислотні суміші тощо), кременистих сполук (силікагель) та інших неорганічних речовин (силікат натрію, крейда, вапно, кальцинована сода тощо), а також їх поєднань. Основними застосовуваними матеріалами залишилися гранульований магній та поліолефіни [4].

Для створення потоковідхилювальних бар'єрів на відстані від свердловини можуть бути тільки керовані дисперсні системи, назву та обґрунтування яких подано в роботах [4, 5].

Задача полягає у виборі із багатьох існуючих на практиці, котрі випускаються промисловістю, або у створенні нових дисперсних систем, які будуть придатні для вибіркового, керованого тампонування високопровідних тріщин тріщинувато-пористого пласта.

Виклад основного матеріалу

Для створення непроникних або малопроникних бар'єрів у глибині пласта вздовж високопровідних тріщинних каналів, тобто потоковідхилювальних бар'єрів, щоб витіснявальна вода марно не рухалася по таких каналах в обхід «ціликів» нафти в пористих менш проникних блоках і витісняла із них нафту, дисперсні матеріали повинні відповідати певним вимогам. Це відповідність геометричному (структурному) та концентраційному критеріям, гідродинамічному критерію нульової плавучості, вартісній вимозі (бути порівняно дешевим) і технологічним вимогам (здатності утворювати малопроникну структуру в середовищах нафти і води при пластових термобаричних умовах та бути зручними під час роботи із ними) [4, 6].

Геометричний критерій обґрунтовано з позицій теорії ймовірностей, оскільки явище кольматації має ймовірнісний характер, а діаметри порових каналів, розкриття тріщин і діаметри частинок дисперсної фази підпорядковуються певним законам статистичного розподілу як полірозмірні величини. Він зводиться до вибору такого розподілу діаметрів частинок, щоб забезпечити проникання дисперсної фази в тріщини певного розкриття і відсутність кольматації пор блоків матриць породи (властивість вибіркості – здійснювати відбір тріщин певного розкриття), а також повноту тампонування каналів (ступінь заповнення високопроникних тріщин із різним розкриттям) полірозмірними кольматувальними частинками (властивість керованості). Звідси дисперсні системи, які саморозподіляються каналами апріорі заданого розміру в результаті попереднього цілеспрямованого підбору фракційного складу (за розмірами і вмістом) названо керованими дисперсними системами [5].

У разі потреби забезпечити кольматацію пор необхідно виконати умову концентраційного критерію, за якої матиме місце проникання твердих частинок у пористе середовище без утворення поверхневої кірки на його зовнішньому (вхідному) торці, що те ж подібним імовірнісно-статистичним чином обґрунтовується [4]. Для прикладу, в роботі [3] таку концентрацію оцінено величиною 2,7 г/л. Потоковідхилювальні бар'єри створюються при вищих концентраціях дисперсної фази, то надходження частинок у пори не спостерігається. Так, розмір пор нафтогазових колекторів може сягати 1-100 мкм, для більшості відомих колекторів знаходиться в межах 10-60 мкм, а тріщини із розкриттям до 100 мкм (умовна величина) називають мікротріщинами, понад 100 мкм – макротріщинами, хоч за даними різних досліджень на глибинах понад 2000 м розкриття мікротріщин становить 10-15 мкм, а макротріщин – може сягати 1-2 мм і більше [3].

Гідродинамічний критерій нульової плавучості чи плавучості, яка близька до нуля (різниця густин носія і частинок приблизно рівна нулю), коли практично швидкість седиментації (спливання, осідання) частинок рівна нулю, вимагає, щоб густина речовини дисперсної фази бу-

ла в межах густини води ($950-1100 \text{ кг/м}^3$). Це дає змогу здійснювати перенесення гранул на великі відстані практично незалежно від швидкості руху води. Щоб забезпечити «необмежену» глибину перенесення гранул у тріщині. Треба, або до апріорі заданих гранул (точніше до густини їх матеріалу) підібрати відповідну густину носія (прісна чи пластова мінералізована вода, розчини солей), або навпаки, з метою отримати швидкість седиментації рівною нулю.

А суть технології створення потоковідхилювальних бар'єрів полягає у запомповуванні у свердловину і далі в тріщини пласта водної суспензії дисперсної системи і створенні в них тампонуального об'єму [3, 4].

Серед відомих подрібнених матеріалів, які випускаються промисловістю у великих кількостях, ми в першу чергу зосередили увагу на бітумних матеріалах як продуктах нафтопереробки. До групи таких подрібнених бітумних матеріалів відносяться пом'якшувач, рубракс і структуроутворювач. Розгляд властивостей цих матеріалів ми виконали на основі характеристик, опублікованих у технічних умовах на них, і за результатами спеціальних лабораторних досліджень.

Пом'якшувач. Асфальтено-смолистий гранульований пом'якшувач (АСПГ) – дрібнозернистий сипкий бітумний матеріал, на поверхню якого нанесено технічний вуглець (сажа) марки ПГМ-33 в кількостях (1,5-6%), необхідних для досягнення потрібної величини рухомості (сипкості); густина АСПГ (інша початкова назва рубракс) знаходиться в межах $990-1040 \text{ кг/м}^3$ (за ТУ-38 УССР 201-193-78). Пом'якшувач АСПГ містить, %: асфальтенів 38,7-40,4; смол 26,4-24,3; масел 31,7-35,3; сірки 0,6-0,8; парафіну 0,4-0,6; золи 0,2-0,3; водорозчинні кислоти і луки відсутні. Пом'якшувач АСПГ отримують шляхом окислення залишкових продуктів після прямої перегонки анастасіївської нафти IV горизонту. Якість сировини для виробництва пом'якшувача АСПГ регламентовано вимогами ТУ 38 УССР 201-193-78. Застосовується пом'якшувач у гумовотехнічній і шинній промисловості; упаковується по 25 кг в чотиришарові паперові мішки з внутрішнім шаром із антиадгезійного паперу для нафтового бітуму.

Технічна характеристика пом'якшувача АСПГ наступна: температура розм'якшення пом'якшувача з технічним вуглецем, в межах $65-90^\circ\text{C}$; температура плавлення у межах $125-135^\circ\text{C}$; рухомість у процесі затарювання не менше $65 \cdot 10^{-1} \text{ мм}$.

Істинну густину пом'якшувача визначали найбільш поширеним, точним і застосовуваним у всіх випадках пікнометричним способом.

Результати визначення густин сажі, пом'якшувача із сажею і пом'якшувача без сажі подано в табл. 1. Насипна (позірна, уявна) густина пом'якшувача із сажею становить 412 кг/м^3 , а дійсна – 990 кг/м^3 . Норма густини за технічними умовами для сажі – $1800-2000 \text{ кг/м}^3$, а для пом'якшувача із сажею – 990 кг/м^3 .

Таблиця 1 – Густина сажі, пом'якшувача із сажею і без неї

Найменування компоненту	Густина за результатами дослідів, кг/м ³	Норма густини за ТУ, кг/м ³
Сажа	1860	1800-2000
Пом'якшувач із сажею	990	1020-1040
Пом'якшувач без сажі	970	дані відсутні

За технічними умовами товарний продукт містить частинок розміром до 0,2 мм не більше 10%, а частинки розміром понад 5 мм відсутні. Для вивчення фракційного (гранулометричного) складу пом'якшувача застосували ситовий метод. За даними дослідів з визначення фракційного складу пом'якшувача отримано ряд розподілу діаметрів частин з нерівними інтервалами. Для наступного статистичного оброблення отриманих емпіричних даних проведено розрахунок щільності розподілу N . Щільність розподілу N визначено шляхом ділення на величину інтервалу Δn мас відповідних фракцій пом'якшувача. Для статистичного дослідження варіації щільності розподілу фракцій пом'якшувача побудували гістограму і криву розподілу стосовно пом'якшувача із сажею. Аналіз даних показав, що крива розподілу по фракціях пом'якшувача без сажі аналогічна кривій розподілу пом'якшувача із сажею; вона має лише гостріші вершини. Щільність і функцію розподілу сажі і пом'якшувача без сажі показано на рис. 1 і 2. Аналіз емпіричних і розрахункових даних свідчить, що модальною фракцією є 5-та фракція, для якої розмір частинок коливається в інтервалі 0,2-0,63 мм (щільність розподілу становить 145,67 г/мм для пом'якшувача із сажею і 153,46 г/мм для пом'якшувача без сажі). Середня щільність розподілу становить 41,48 г/мм для пом'якшувача із сажею і 31,21 г/мм для пом'якшувача без сажі.

Щільність $F_1(d)$ і функція $f_2(d)$ статистичного розподілу розмірів частинок (фракційний склад) пом'якшувача подано на рис. 3. Діаметр частинок за ситовим методом знаходиться, в основному, в межах 0,125-2 мм. Модальний діаметр частинок – 0,25 мм, середньозважений по фракціях – 0,457 мм. Вміст частинок розміром понад 5 мм відсутній; частинки розміром менше 0,2 мм становлять не більше 10%. Розподіл має дуже асиметричний характер із наявністю частинок великого розміру.

Для реалізації технології діяння гранульованим пом'якшувачем АСПГ на поклад шляхом запомповування водної суспензії в пласт необхідно визначити рухомість пом'якшувача при дозуванні його в системах подавання в потік рідини, а також оцінити міцнісні характеристики тампонуального об'єму на основі АСПГ в умовах різних температур. Для визначення рухомості використали пенетрометр за ГОСТ

1440-42. Конус пенетрометра взяли без конічної чаші. Масу рухомих частин пенетрометра доводили до 200 г за рахунок металевіи шайби.

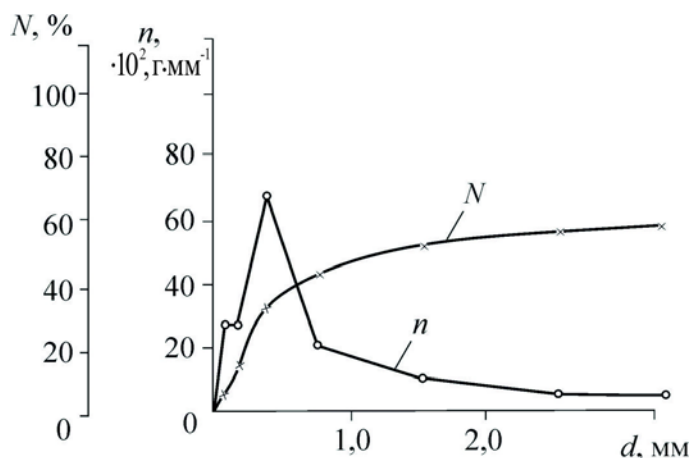


Рис. 1. Дисперсний склад сажі

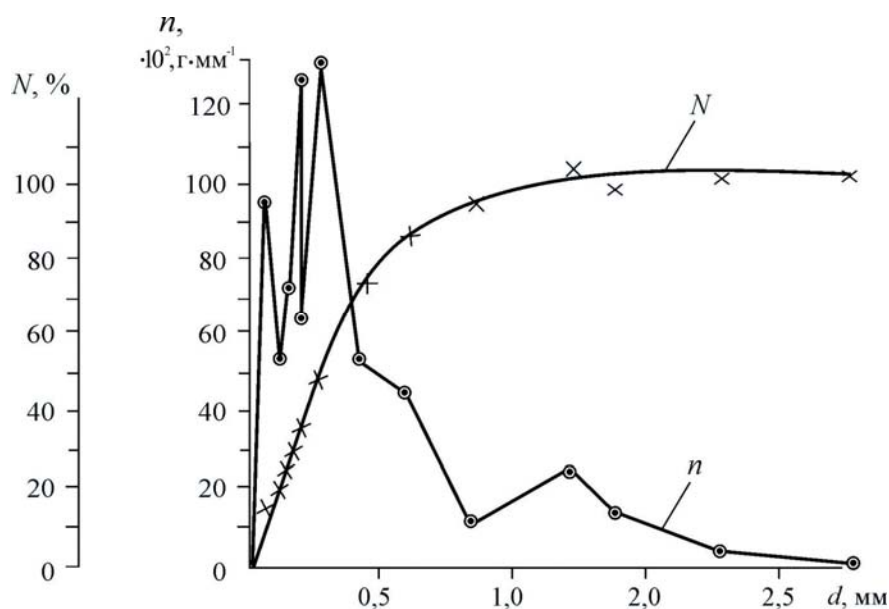


Рис. 2. Дисперсний склад пом'якшувача без сажі

У металеву склянку засипали 120 г проби і розрівнювали поверхню постукуванням по склянці. Відтак поверхню пом'якшувача АСПП покривали кругом із паперу, після чого вставляли металевий циліндр. Прилад у зібраному стані поміщали в сушильну шафу на дерев'яний брусок строго пропорційно і витримували протягом двох годин при певній температурі. Після витримування циліндр виймали, знімали паперовий круг і склянку з пом'якшувачем встановлювали на столик пенетрометра. Відтак вістря конуса підводили до поверхні пом'якшувача так,

щоб вістря тільки легко торкалось поверхні пом'якшувача. Кремальєру доводили до дотикання плунжера, в якому закріплено хвостовик конуса, встановлювали стрілку на нуль, після чого одночасно включали секундомір і натискали кнопку приладу, даючи конусу вільно входити у випробовуваний взірець протягом 5 с. Після цього кремальєру доводили знову до дотикання з плунжером і відмічали показники приладу.

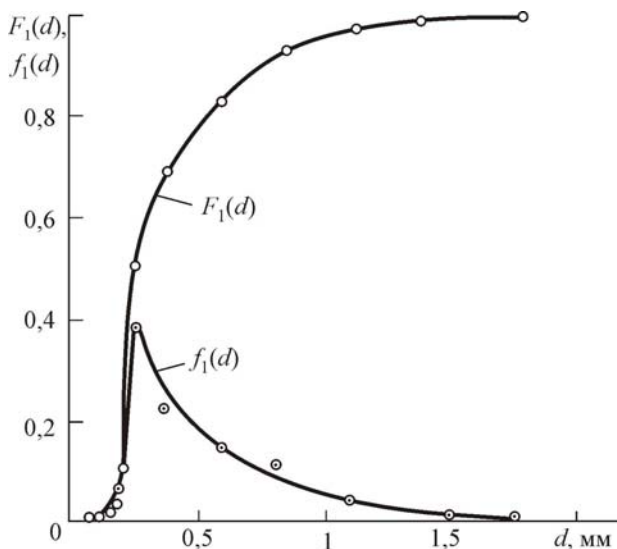


Рис. 3. Функція $F_1(d)$ і щільність $f_1(d)$ статистичного розподілу діаметра d частинок пом'якшувача

За величину рухомості гранул, котру визначали за глибиною занурення конуса, виражену в числах, відповідних градусам шкали приладу, брали середню арифметичну значину трьох занурень. Відхилення від середньої значини занурення конуса не перевищувало 8%. Вибраний діапазон температур досліджень – 20-150°C.

У результатів досліджень встановлено, що рухомість пом'якшувача у залежності від температури змінюється неоднозначно (рис. 4). Так, при зміні температури від 20 до 40°C рухомість пом'якшувача зменшується від 22 до 58° (градусів шкали приладу). В інтервалі температур від 40 до 80°C рухомість зменшується вже до 4° і далі від 80 до 150°C рухомість збільшується від 4 до 67° шкали приладу. Характер зміни рухомості від температури пояснюється зміною фазового стану пом'якшувача. Криву можна розділити на три ділянки. На першій ділянці від 20 до 40°C пом'якшувач зберігає свою гранулярну структуру, що пояснюється частковим пом'якшенням і злипанням гранул між собою (злежується).

На основі проведених досліджень з визначення рухомості пом'якшувача можна висувати наступне:

1) температура середовища, при якій можна проводити зберігання і дозування пом'якшувача не повинна перевищувати 40°C;

2) температурні умови середовища, в якому проводиться тампонування пом'якшувачем в значній мірі будуть впливати на міцнісні характеристики тампонувального матеріалу;

3) тампонувальний матеріал на основі гранульованого пом'якшувача втрачає свої міцнісні властивості при температурі понад 90°C. Його рухомість при 40°C (гранули) практично дорівнює рухомості при 140°C (розм'якшена і розплавлена маса).

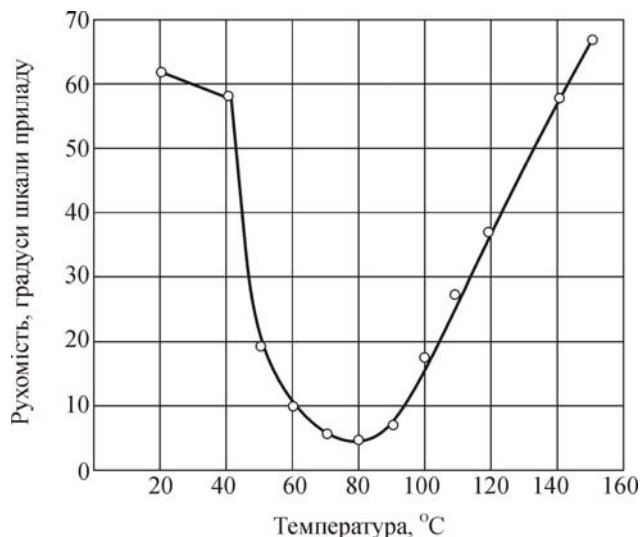
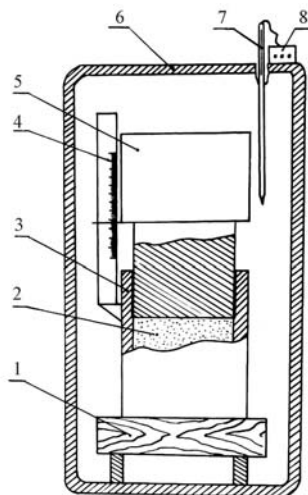


Рис. 4. Залежність рухомості пом'якшувача від температури

Дальше вивчали усадку пом'якшувача в залежності від температури. Усадка пом'якшувача виникає з наступних причин: а) пом'якшувач за своєю природою є пластичним матеріалом, тобто він володіє властивістю змінювати без руйнування свою форму і розміри під дією навантаження або внутрішніх напруг, стійко зберігає утворені форми і розміри після цієї дії. Пластичність пом'якшувача в значній мірі залежить від температури; б) пом'якшувач – це гранульований матеріал. Тому зміна лінійних розмірів і об'єму його проби виникає за рахунок ущільнення гранулярної структури. Під дією температури відбувається розм'якшення пом'якшувача і вже під невеликими зовнішніми навантаженнями – втрата гранулярної структури. Внаслідок цього проба зменшується в об'ємі за рахунок заповнення матеріалом пом'якшувача наявних порожнин, так званих вакансій, утворених за рахунок гранулярного складу матеріалу.

З метою визначення величини усадки пом'якшувача в залежності від температури нами було розроблено і виготовлено спеціальне лабораторне устаткування (рис. 5). Устаткування складається із металевої склянки з циліндричної форми з плоским дном, внутрішнім діаметром

76 мм і глибиною 64 мм, металевого циліндра 5 масою 11 кг. На склянці закріплено лінійку 4, яка призначена для вимірювання переміщення циліндра.



- 1 – дерев'яна підставка; 2 – проба пом'якшувача; 3 – металева склянка;
4 – вимірна лінійка; 5 – циліндр; 6 – сушильна шафа; 7 – термометр;
8 – регулятор температури

Рис. 5. Схема устаткування з визначення усадки пом'якшувача залежно від температури

Досліджуваний взірець проби пом'якшувача в кількості 120 г засипали в металеву склянку і розрівнювали його поверхню шляхом постукування по склянці. Поверхню пом'якшувача накривали паперовим кругом, після чого вставляли металевий циліндр. Зібраний прилад поміщали в сушильну шафу 6 на дерев'яний брусок 1 строго вертикально і витримували 2 години при заданій температурі. Величину лінійної усадки вимірювали за допомогою лінійки в міліметрах за відстанню переміщення циліндра. Для кожної вибраної температури дослідження проводили аналогічно. Діапазон температури досліджень від 20 до 150°C.

На рис. 6 зображено залежності величин об'єму і лінійної усадки шару пом'якшувача від температури. Криву усадки, отриману експериментальним шляхом, можна розділити на чотири ділянки. Перша ділянка – в інтервалі температур від 20 до 40°C; усадка незначна (становить 2 мм) і пояснюється ущільненням проби і частковою деформацією гранул.

Друга ділянка – від 40 до 70°C; пом'якшувач під дією температури стає більш пластичним, під дією ваги приладу втрачається його гранулярна структура; усадка на цій ділянці становить від 2 до 21 мм. На третій ділянці температур 70-93°C багатокомпонентний пом'якшувач плавиться і його гранулярна структура втрачається повністю;

при температурі 93°C усадка сягає 26 мм. На четвертій ділянці при температурі понад 93°C усадка є постійною, оскільки пом'якшувач перейшов уже в рідинний стан.

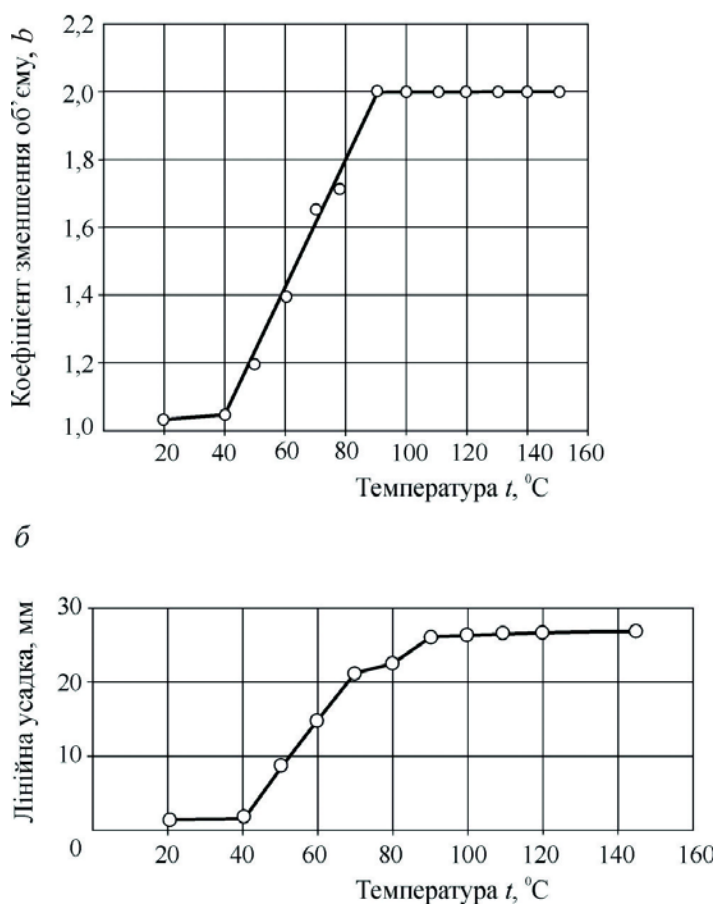


Рис. 6. Залежності коефіцієнта зменшення об'єму (а) і лінійної усадки (б) шару пом'якшувача від температури t

Усадку гранульованого пом'якшувача характеризували коефіцієнтом зменшення об'єму проби $b = V_1/V_2$ і коефіцієнтом об'ємної усадки, $\beta = (V_1 - V_2)/V_1 \cdot 100\% = (b - 1)/b \cdot 100\%$, де V_1, V_2 – відповідно початковий і кінцевий при заданій температурі об'єми пом'якшувача.

Оскільки будь-який вибраний циліндричний об'єм $V_i = Fl'_i$, то $b = l_0/(l_0 - l_i)$, де l'_i, l_0, l_i – відповідно поточна і початкова висоти проби і поточна лінійна усадка.

Залежність коефіцієнта β від температури подано на рис. 7. Аналіз показав, що з достатньої для практики точністю ці залежності можна подати в інтервалах температур 20-40°C, 40-70°C, 70-90°C і вище 90°C відповідно рівняннями прямих:

$$\begin{aligned}
 b &= 1,02 + 5 \cdot 10^{-4} t; & \beta &= 1,85 + 4,5 \cdot 10^{-2} t; \\
 b &= 0,216 + 2,02 \cdot 10^{-2} t; & \beta &= -42,49 + 1,192 t; \\
 b &= 0,33 + 1,85 \cdot 10^{-2} t; & \beta &= -1,02 + 0,558 t; \\
 b &= 2 = \text{const}; & \beta &= 50 = \text{const}.
 \end{aligned}$$

Зіставляючи графіки рис. 4 і 7, можна виснувати, що в області температур 70-90°C рухомість пом'якшувача сягає мінімальної значини внаслідок зміни його агрегатного стану, що підтверджується також залежністю усадки від температури з точнішим встановленням температурного інтервалу. При температурі 90°C усадка стабілізується на рівні $\beta=50\%$ (повна втрата дисперсної структури) відповідно утворюють непроникний тампон.

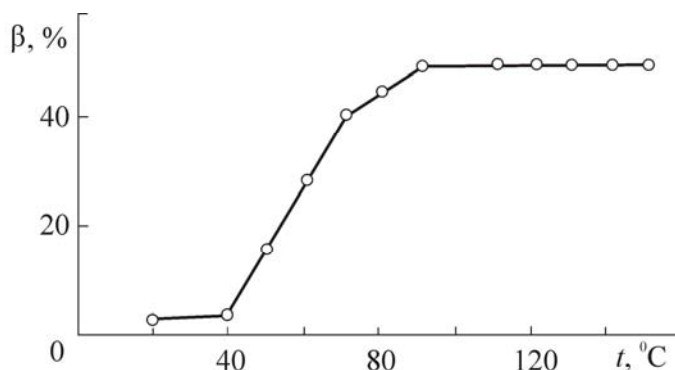


Рис. 7. Залежність коефіцієнта об'ємної усадки β пом'якшувача від температури t

Необхідно було також вивчити розчинність гранульованого бітумного пом'якшувача у вуглеводнях. Найважливішими умовами процесу розчинення, як процесу взаємодії рідини, газу або твердого тіла з розчинником, повинна бути відсутність глибокої хімічної взаємодії між речовинами, котрі розчиняються, і розчинником, утворення гомогенної системи та можливість отримати первинну речовину незмінною після подальшого видалення розчинника. На швидкість розчинення великий вплив здійснює ступінь подрібнення речовини, яка розчиняється. Чим краще подрібнення, тим більша поверхня контакту між рідинною і твердою фазами і, відповідно, тим швидше відбувається розчинення. Недостатня рівномірність подрібнення призводить до значного уповільнення процесу розчинення. При виборі розчинника доводиться користуватись переважно емпіричними правилами, оскільки про закони розчинності поки що відомо не багато. Найчастіше доводиться керуватись правилом „подібне розчиняється в подібному...”. Так, вуглеводні добре розчиняються у вуглеводнях. Емпіричне правило вибору розчинника може бути викладене наступним чином: у розчиннику, котрий складається з неполярних або малополярних молекул, добре розчиняються неполярні речовини, гірше розчиняються речовини іонного типу. Роз-

чинювальній здатності розчинника по відношенню до полярних і неполярних речовин відповідає величина його діелектричної проникності; різні розчинники мають різні діелектричні проникності. Однак невідомо достатньо строгих закономірностей, котрі характеризують розчинність різних речовин, особливо органічних. При виборі розчинника слід враховувати його температуру кипіння, а остання характеризує легкість відокремлення розчинника від інших компонентів суміші, можливість відгону або випаровування розчинника без розкладання розчиненої речовини. Окрім температури кипіння розчинника має значення і його леткість, тобто швидкість випаровування. Леткість визначається величиною молекулярної маси розчинника і його полярністю; вона залежить не тільки від тиску пари, але і від величини теплоти випаровування, теплоємності, теплопровідності та інших властивостей рідини.

Пом'якшувач є дрібнозернистим сипким бітумним матеріалом, на поверхню якого нанесено технічний вуглець. Бітуми є твердими або рідинними водонерозчинними органічними матеріалами, які складаються із суміші вуглеводнів і їх сірчаних, кисневих і азотистих похідних. Тверді нафтові бітуми у відповідності до вимог стандарту повинні на 99% розчинятись в органічних розчинниках. До нерозчинної частини відносяться мінеральні домішки і продукти глибокої конденсації – карбони і карбоїди. Для різних рубраксів марок Б як розчинник беруть хлорформ, трихлоретилат, або сірковуглець.

Нами використано наступну методику визначення розчинності бітуму. Два обеззолених паперових фільтри поміщали в лійку і пропускали через них розчинник. Після видимого видалення на повітрі розчинника з паперу, фільтри поміщали в бюкс з відкритою покришкою, ставили у відкриту шафу при 100-110°C і сушили до постійної маси. У відтаровану конічну колбу місткістю 250 мл відважували 5 г підготовленого до випробування пом'якшувача. Наливали в колбу 20-кратну кількість розчинника. Приєднували до колби зворотний холодильник і встановлювали в киплячу водяну баню на 1 год. Гарячий розчин пом'якшувача фільтрували через лійку з двома доведеними до постійної маси фільтрами. Тверді домішки, які осіли на стінці колби і прилипли, знімали скляною паличкою, відтак змивали на фільтр гарячим чистим розчинником. Залишок на фільтрі промивали гарячим розчинником до тих пір, поки розчинник, що витікає із лійки, не стане прозорим. Фільтр разом із лійкою трохи підсушували в сушильній шафі при 100-110°C, і відтак переносили в бюкс та сушили у тій же шафі до постійної маси. Розчинність пом'якшувача x обчислювали за формулою: $x = (G_1 - G_2/G_1)$, де G_1 – наважка випробовуваного пом'якшувача; G_2 – маса осаду на фільтрі.

Розчинність визначали відповідності з прийнятою методикою для бітуму в хлороформі. Оскільки нас цікавила розчинність АСПГ у нафті,

то провели дослідження розчинності його у нафтопродукті – бензині (табл. 2). Аналіз даних показав, що пом'якшувач добре розчиняється у хлороформі (89%), і частково в бензині (69%). Це пов'язано з тим, що пом'якшувач – окислений бітумний продукт, який містить луг, – краще розчиняється в полярному хлороформі, ніж у неполярному бензині. Визначити розчинність пом'якшувача в інших, більш важких нафтопродуктах і у нафті за даною методикою не було можливим через те, що отриманий розчин не проходить через подвійний обеззолений фільтр.

Таблиця 2. Розчинність пом'якшувача в хлороформі і бензині

Наважка пом'якшувача, г	Розчинник	Кількість розчинника, г	Маса осаду, г	Розчинність, %
5	хлороформ	100	0,55	89,0
5	бензин	100	1,5604	68,8

Тому нами далі досліджено ступінь набухання пом'якшувача у нафтопродуктах і нафті з відповідними густинами, тобто у бензині (743 кг/м^3), газоконденсаті (737 кг/м^3), дизпальному (813 кг/м^3), легкій нафті (817 кг/м^3).

Готували високов'язкі розчини пом'якшувача наступних концентрацій: 100; 150; 200 г на 100 г розчинника. Об'єми розчинників (нафтопродуктів і нафти) розраховували за густинами. Пом'якшувач ретельно перемішували вручну з нафтопродуктом і залишали на 24 години для кращого просочування пом'якшувача і набухання.

Відтак проводили випробування з визначення пенетрації на пенетрометрі з голкою за ГОСТ 1440-78. Визначення проводили за ГОСТ 11501-78, причому прийняли температуру 20°C , навантаження 100 г протягом 5 с. Масу не проціджували через сито внаслідок густої консистенції і великої леткості бензину та конденсату. Масу у вигляді змазки переносили в металеву чашку (пенетраційну) з плоским дном, внутрішнім діаметром 50 мм, висотою 35 мм. Пенетрометр встановлювали горизонтально за рівнем, перевіряли точність показів приладу. Доводили кремальєру до верхньої площини плунжера, який несе голку, встановлювали стрілку на нуль, відмічали її положення, після чого одночасно включали секундомір і натискали кнопку приладу, даючи голці вільно входити в дослідний взірець протягом 5 с, відтак відпускали кнопку. Після цього доводили кремальєру знову до верхньої площини плунжера з голкою і відмічали покази приладу. Визначення повторювали 3 рази в різних точках на поверхні взірця, що знаходяться від країв чашки і один від одного не менше ніж на 10 мм. Після кожного занурення голку виймали із гнізда, відмивали бензином, насухо витирали в напрямку вістря.

За приладом penetрація виражається в одиницях penetрації, що відповідає глибині проникання голки в міліметрах, рівної добутку одиниць penetрації на десяту частину міліметра (ціну поділки приладу).

Результати вимірювання подано в табл. 3. Аналіз показує, що зі збільшенням концентрації пом'якшувача в нафті від 100 г: 100 г до 200 г: 100 г penetрація зменшується з 18,4 до 6,6 мм у залежності від розчинника. При великих концентраціях пом'якшувача в 100 г розчинника визначити penetрацію неможливо через те, що не відбувається утворення однорідної маси, залишаються грудки незмоченого пом'якшувача. Збільшуючи кількість пом'якшувача, практично переходимо до насипної маси сухого пом'якшувача. При температурі 20°C рухомість сухого пом'якшувача становила 62 градуси шкали приладу або 6,2 мм. Це одного порядку з penetрацією пом'якшувача у вивчених розчинниках при концентрації 200 г: 100 г.

Таблиця 3. Penetraція пом'якшувача в розчинниках та нафті, виражена в мм

Розчинник	Вміст пом'якшувача, г/г		
	100	150	200
Бензин	22,5	16,0	13,6
Конденсат	22,1	15,5	12,6
Дизпальне	18,9	12,6	8,4
Нафта	18,4	12,2	6,6

На рис. 8 показано залежність penetрації S від відношення N_p масової кількості розчинника (нафти, дизпального і газоконденсату) до масової кількості пом'якшувача. Малорухомий шар утворюється за $N_p=0,2$, а за значин N_p більше 0,5 рухомість різко зростає, що свідчить про розчинення пом'якшувача. На рис. 8 (лінія 2) повторено також для зіставлення залежність рухомості (penetraції) S «сухого» (без розчинника) пом'якшувача від температури, тобто за температур понад 40°C пом'якшувач злежується, а з підвищенням температури до 65-90°C розм'якшується і плавиться за температур 125-135°C. Малорухомий низькопроникний шар утворюється за температур 70-90°C.

Отже, в залежності від кількості розчинника (нафти), який буде надходити в шар пом'якшувача penetрація його при 20°C повинна змінюватись в межах 6-15 мм. За великого вмісту розчинника і цієї температури шар перетворюється в легкорухому масу (з наближенням до стану розчину) і може переноситись в тріщинах пласта потоком рідини. Але за температур 45-100°C «сухий» пом'якшувач утворює малорухомий низькопроникний (пластична маса) шар.

Пом'якшувач є хімічно і фізично інертним, що перевірено нами, до води і водних розчинів речовин, котрі застосовуються з метою під-

вищення нафтовилучення: розчини 10% концентрації ПАР, 1% концентрації ПАА, 3% концентрації гідроксиду (їдкий натр) і силікату (рідке скло) натрію; концентрована (99%) сірчана кислота і двоокис вуглецю (газ, карбонізована вода). Пом'якшувач не розчиняється в мицелярних розчинах на водній основі («Карпатол-2»); в мицелярних розчинах із зовнішньою вуглеводневою фазою (нафтоводяна мікроемульсія) має місце часткове його розчинення (залежить від складу вуглеводневої рідини як вуглеводневої фази).

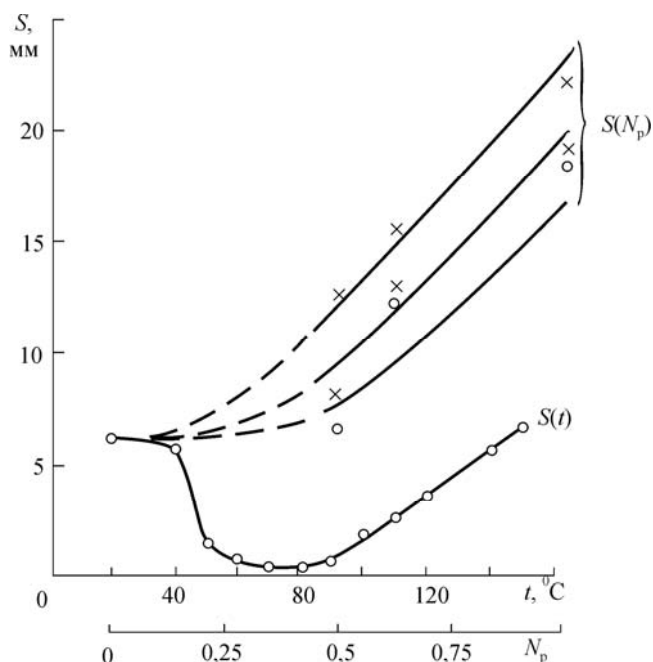


Рис. 8. Залежність рухомості S пом'якшувача від температури t (1) та відношення N_p масової кількості розчинника – нафти (2), дизпального (3), газоконденсату (4) – до масової кількості пом'якшувача

Так як при зануренні пом'якшувача в нафту або нафтопродукти він частково розчиняється і набухає, втрачає свою гранулярну структуру і перетворюється в однорідну пластичну масу, то цю властивість доцільно використовувати для закупорювання високопроникних каналів, тріщин. Технологічно це можна здійснити, наприклад, послідовним запомповуванням в тріщини гранульованого пом'якшувача і нафти або водонафтової емульсії, під дією якої відбувається зменшення коефіцієнта проникності шару пом'якшувача, котрий заповнив тріщину.

Необхідно зазначити, що при тампонуванні тріщин великого протягання (довжини) після заповнення їх пом'якшувачем перевагу слід надавати запомповуванню не нафти, а водонафтової емульсії, оскільки при пропомповуванні нафти внаслідок великого вмісту в ній розчинника відбувається інтенсивне розчинення і набухання пом'якшувача та

утворення непроникного шару «біля входу» в тріщину. Тому в решту об'єму тріщини нафта проникати не буде. Водонафтову емульсію можна запомповувати вглиб заповненої пом'якшувачем тріщини і забезпечити процес згасання коефіцієнта проникності гранульованого пом'якшувача в рівній мірі по всьому об'ємі тріщини.

Для дослідження цього явища проведено лабораторні експерименти із визначення зміни коефіцієнта проникності шару гранульованого пом'якшувача в залежності від пропомповування через нього водонафтової емульсії.

Пробу гранульованого пом'якшувача масою 40 г поміщали у фільтраційну колонку – циліндричну трубку, шорсткість внутрішньої поверхні якої була створена піском на силікатному клеї. На кінцях встановлено сітки зі штуцерами. Колонку вакуумували і насичували дистильованою водою. Відтак визначали за допомогою стандартного устаткування УДПК1-М коефіцієнт проникності шару проби по воді, який становив 122 мкм². Відтак через шар за відкритого в атмосферу виходу пропомповували водонафтову емульсію, що включає 20% нафти вигодського покладу Долинського родовища і 1% превоцелу. Дані проведених експериментів подано у табл. 4.

Зміна фільтраційних характеристик шару зумовлює збільшення тиску пропомповування (точніше перепаду тиску над атмосферним тиском) за постійної витрати водонафтової емульсії через пробу гранульованого пом'якшувача. Як видно із табл. 4 і рис. 9, на початку процесу тиск пропомповування становить 0,04 МПа, після пропомповування 290 мл – 0,1 МПа, а після 363 мл – 10 МПа. Отже, відбувається процес згасання коефіцієнта проникності проби пом'якшувача.

Таблиця 4. Результати визначення зміни фільтраційних характеристик шару пом'якшувача під час пропомповування через нього 20% водонафтової емульсії

Витрата емульсії через взірець, мл/с	Час пропомповування, с (хв.)	Тиск пропомповування, МПа	Накопичена кількість пропомпованої емульсії через взірець, мл
0,11	880 (14,6)	0,04	96,8
0,11	1760 (29,3)	0,046	193,6
0,11	2200 (36,6)	0,07	242
0,11	2420 (40,3)	0,09	266,2
0,11	2640 (44)	0,1	290,4
0,11	2860 (47,6)	0,3	314,6
0,11	2992 (49,8)	8	329,12
0,11	3080 (51,3)	9	338,8
0,11	3300 (55)	10	363

Після пропомповування водонафтової емульсії визначали також коефіцієнт проникності шару пом'якшувача по воді. Він становив $0,0051 \text{ мкм}^2$ (тиск пропомповування води $8,6 \text{ МПа}$, витрата $0,00135 \text{ мл/с}$), тобто коефіцієнт проникності шару зменшився з 122 до $0,0051 \text{ мкм}^2$ (у 24 тис. разів) і він став практично непроникним. Тобто, якщо шар не ущільнився в тріщині, то пропомповуванням через нього водонафтової емульсії забезпечується зниження його коефіцієнта проникності практично до нуля. Така операція не ускладнює процес тампонування тріщин і технологічно легко здійсненна.

Висока ефективність використання дослідженого матеріалу підтверджена промисловими роботами [7].



Рис. 9. Залежність зміни тиску пропомповування через шар пом'якшувача прямої водонафтової емульсії (з вмістом нафти 20%) від об'єму її пропомповування

Структуроутворювач X-1. Порошкоподібний структуроутворювач бітумний X-1 (високоокислений бітум – ВОВ) випускається Семінівським заводом гірського воску із сировини Херсонського НПЗ у вигляді темного порошку з розміром частинок $0,2-4 \text{ мм}$ (за ТУ 38 УССР 20184-80). Температура розм'якшення його становить $145-180^\circ\text{C}$, спалаху у відкритому тиглі – не нижче 240°C (методи визначення за ГОСТ 11506-73 і ГОСТ 4333-87). Густина його 1030 кг/м^3 , динамічний коефіцієнт в'язкості при температурі розм'якшення $10^5-0,15 \cdot 10^5 \text{ Па}\cdot\text{с}$.

Бітумний структуроутворювач розчиняється у вуглеводневих рідинах в широкому інтервалі температур (у нафті від 60°C , в суміші 70% гасу + 30% толуолу – від 15°C) і лінійно зростає зі збільшенням температури. При 160°C найбільш інтенсивне розчинення спостерігається протягом першої години, а при 120°C швидкість розчинення незначна і підвищується тільки через 4-5 год. Домішки ПАР – сполуки із класу

аліфатичних амінів (діамінів) і ненасичених жирних кислот (нафторозчинні в'язкі рідини або воскоподібні речовини густиною 850-1060 кг/м³) при оптимальній концентрації 3-6% уможливають збільшення кількості розчиненого нафтою структуроутворювача в 5-60 разів. У бензолі, хлороформі або трихлоретані розчиняється не менше 99,5% (визначення за ГОСТ 20739-75), він набухає і у великих кількостях нафти розчиняється, інертний до води (містить не більше 0,3% водорозчинних сполук – метод визначення за ГОСТ 11510-65).

На капілярному і ротаційному віскозиметрах при 120-190°C (температура розм'якшення 162°C) встановлено, що при 160°C динамічна напруга зсуву структуроутворювача марки Х-1 становить $4 \cdot 10^5$ мН/м. З підвищенням температури вона зменшується незначно. Коефіцієнт ефективної в'язкості залежить від градієнта швидкості зсуву і при 160°C та швидкості зсуву $8,5-126 \text{ с}^{-1}$ змінюється від $4 \cdot 10^5$ до $2 \cdot 10^6$ мПа·с (на декілька порядків є вищим коефіцієнта в'язкості пластової рідини), тобто він придатний для тампонування до температури 145°C.

Рубракс Б. Рубракс Б також є бітумним матеріалом, він має температуру розм'якшення 140°C. При всіх температурах (100-140°C) інтенсивно розчиняється у нафті в перші 1-2 год. За однакових умов швидкість розчинення його в 3-7 разів більша, ніж бітумного структуроутворювача Х-1, що пояснюється меншим вмістом у рубраксі Б високомолекулярних асфальто-смолистих речовин. При 160°C динамічна напруга зсуву рубракса Б становить $5 \cdot 10^3$ мН/м.

Бітумний структуроутворювач БСУ-1. Структуроутворювач бітумний (початкова назва пом'якшувач) марки БСУ-1 (ТУ 39 0147009-037-90) є продуктом окислювальної дегідрополіконденсації прямогінних гудронів нафт Дніпровсько-Донецької западини. Розмір частинок 0,87 мм, середньоквадратичне відхилення 0,84 мм, коефіцієнт варіації 0,972, ексцес 3,775; модальний діаметр – 0,56 мм (рис. 10). Дійсна густина становить 1025 кг/м³, позірну густина – 522 кг/м³.

Структуроутворювач БСУ-1 добре розчиняється в ароматичних вуглеводнях і галогенопохідних (ксилол, хлороформ). Кількість спливаючих частинок у воді становить 35,5%.

Вивчено рухомість структуроутворювача, а також усадку на пенетрометрі з голкою за ГОСТ 1440-78 за різних температур (інтервал температур 20-160°C). У результаті дослідів встановлено (рис. 11), що рухомість структуроутворювача (згідно з ТУ УССР 201-173-78) залежить від температури і змінюється неоднозначно. Так, під час зміни температури від 20 до 120°C рухомість зменшується спочатку різко (за 20-40°C), а відтак – повільно. Це пояснюється тим, що з ростом температури матеріал поки що зберігає свою гранулярну структуру, відбувається часткове розм'якшення і злипання гранул між собою, а потім починає втрачати свою гранулярну структуру і перетворюватися в пластичну масу. За 120°C рухомість мінімальна і становить 0,2 мм. З підви-

щенням температури від 120 до 160°C рухомість збільшується і сягає 15 мм, структуроутворювач у цьому інтервалі температур далі розм'якшується і топиться, тому він може бути призначений для тампонування за температур до 140°C. За подальшого підвищення температури до 160°C рухомість не змінюється (структуроутворювач знаходиться в розтопленому стані).

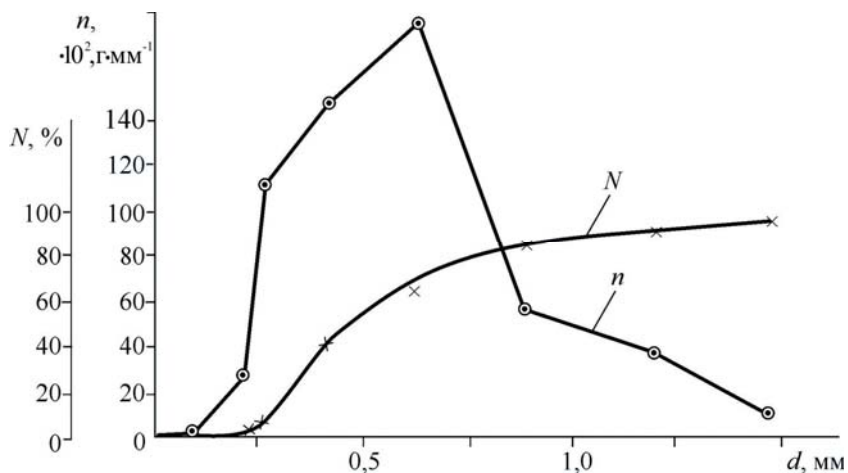


Рис. 10. Дисперсний склад бітумного структуроутворювача БСУ-1

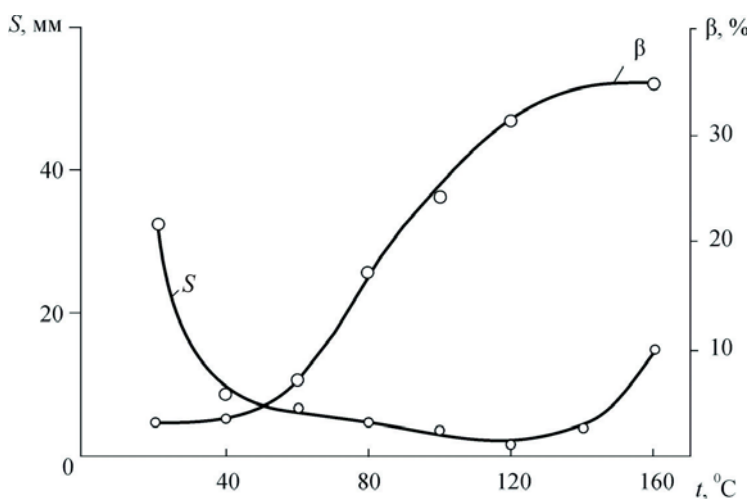


Рис. 11. Залежність рухомості S і коефіцієнта об'ємної усадки β гранульованого бітумного структуроутворювача БСУ-1 від температури t

Залежність усадки структуроутворювача (на пенетрометрі з голкою за ГОСТ 1440-8) від температури (20-160°C) можна розділити на 3 ділянки. Перша ділянка – усадка незначна, інтервал температур від 20 до 40°C; пояснюється частковою деформацією гранул і їх ущільненням. Друга ділянка – від 40 до 140°C; під дією ваги циліндра проходить част-

ково втрата його гранулярної структури; коефіцієнт об'ємної усадки змінюється від 7 до 34,54%. За температури понад 140°C коефіцієнт об'ємної усадки постійний і дорівнює 34,54%.

Пенетрація (рухомість) «сухого» (без нафти) структуроутворювача БСУ-1 становить 32,5 мм, а за невеликого вмісту нафти – мінімальна внаслідок поверхневого злипання окремих гранул. У міру збільшення кількості нафти в суміші настає набухання, розм'якшування і розчинення гранул, що супроводжується ростом пенетрації. Великий інтервал зміни діаметра частинок (0,017-2 мм) і велика гранулометрична неоднорідність дає змогу рекомендувати його для тампонування різнорозкритих, великої провідності тріщин.

Із вдячністю називаємо працівників лабораторії В.М. Чучину, І.М. Купера, Р.В. Грабовського, Р.В. Бойка, які брали участь у виконанні тих чи інших лабораторних досліджень, результати яких описано в цій статті.

Висновки

Вивчено властивості подрібнених бітумних матеріалів (асфальтено-смолисто-гранульованого пом'якшувача, порошкоподібного бітумного структуроутворювача Х-1, рубракса Б і бітумного структуроутворювача БСУ-1) в аспекті придатності їх для створення потоковідхилювальних бар'єрів у високопроникних тріщинах нафтового покладу із тріщинувато-пористим колектором. Встановлено придатність досліджених матеріалів для таких цілей за температур до 90-140⁰С, що і підтверджено ефективним промисловим використанням їх.

Щодо геометричного критерію, враховуючи асиметричний характер розподілу розмірів частинок і наявність частинок великого діаметра, рекомендуємо з позицій підвищення повноти тампонування тріщин проводити фракціонування матеріалів за вмістом і діаметрами частинок. Хоч це потребує подальшого додаткового вивчення.

Література

1. Актуальні проблеми нафтогазової геології / Б.Й. Маєвський, С.С. Куровець, О.Є. Лозинський та ін., за ред. Б.Й. Маєвського. – Івано-Франківськ: ІФНТУНГ, 2014. – 240 с.
2. Бойко В.С. Технологія розробки нафтових родовищ / В.С. Бойко. – Івано-Франківськ: Нова Зоря, 2011. – 509 с.
3. Бойко Р.В. Видобування газу і нафти із тріщинуватих колекторів / Р.В. Бойко. – Івано-Франківськ: Нова Зоря, 2016. – 486 с.
4. Обводнення газових і нафтових свердловин: у трьох томах. Том І. Технологічні матеріали і способи ізоляції / В.С. Бойко, Р.В. Бойко, Л.М. Кеба, О.В. Семінський, за ред. В.С. Бойка. – Київ: Міжнародна економічна фундація, 2006. – 792 с.
5. Бойко В.С. Научные основы интенсификации нефтегазодобычи из неоднородных пластов с применением дисперсных систем: Дисерта-

- ція ... доктора техн. наук: 05.15.06 / В.С. Бойко. – Івано-Франківськ – Москва: ИФИНГ – МИНХ и ГП им. И. М. Губктна, 1989. – 460 с.
6. Бойко В.С. Вимоги до технологічних властивостей дисперсних матеріалів, придатних для тампонування тріщин у процесі видобування нафти / В.С. Бойко, В. М. Дорошенко, Р.В. Грибовський, Р.В. Бойко // Науковий вісник ІФНТУНГ. – 2013. – № 2 (35). – С. 86-91.
7. Обводнення газових і нафтових свердловин: у трьох томах. Том II. Створення потоковідхилювальних бар'єрів і технології ізоляції / В.С. Бойко, Р.В. Бойко, Л.М. Кеба, О.В. Семінський, за ред. В.С. Бойка. – К.: Міжнародна економічна фундація, 2007. – 772 с.

*Стаття надійшла до редакційної колегії 3.02.2017 р.,
Рекомендовано до друку д.т.н., професором **Тарком Я.Б.**,
д.т.н., професором **Дорошенко В.М.** (м. Київ)*

THE STUDY OF USEFULNESS OF DISPERSIBLE BITUMINOUS MATERIALS FOR PLUGGING HIGH-CONDUCTIVITY CRACKS IN OIL ACCUMULATION

V. S. Boiko, N. Ya. Zalyvakha

*Ivano-Frankivsk National Technical University of Oil and Gas;
76019, Ivano-Frankivsk, Karpatska str., 15, ph. +380 (3422) 4-21-95*

According to the data published characteristics and the results of laboratory researches the correspondence of ground softening agent, structure-forming agent and rubrax to requirements to the guided dispersible systems has been ascertained. These systems are useful for plugging high-conductivity cracks in oil accumulation.

Key words: *increase of oil recovery factor, creating of flow deviating barriers in the accumulation.*