

Q/HS

中国海洋石油集团有限公司企业标准

Q/HS 2111—2018

海水基压裂液性能指标及评价方法

Performance index and evaluation method
of seawater-based fracturing fluid

2018 — 12 — 29 发布

2019 — 04 — 01 实施

中国海洋石油集团有限公司 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 性能指标	1
4.1 海水基交联压裂液	1
4.2 海水基黏弹性表面活性剂压裂液	2
5 仪器设备、试剂和材料	3
5.1 仪器设备	3
5.2 试剂与材料	4
6 压裂液试样制备	4
6.1 海水准备	4
6.2 基液制备	4
6.3 交联液制备	4
6.4 交联压裂液制备方法	4
6.5 黏弹性表面活性剂压裂液制备方法	4
7 海水基压裂液性能评价方法	5
7.1 螯合能力	5
7.2 基液性能	6
7.3 交联时间	6
7.4 耐温耐剪切能力	6
7.5 流变参数	6
7.6 黏弹性	7
7.7 静态滤失性	7
7.8 岩心基质渗透率损害率	7
7.9 动态滤失损害率	8
7.10 破胶性能	8
7.11 残渣含量	8
7.12 压裂液与地层流体的配伍性	8
7.13 降阻率	8

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国海洋石油集团有限公司开发生产专业标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：中海油田服务股份有限公司。

本标准起草人：王杏尊、郭布民、鲍文辉、陈磊、李梦、申金伟、赵健。

本标准主审人：易飞、郭士生。

海水基压裂液性能指标及评价方法

1 范围

本标准规定了海水基交联压裂液及黏弹性表面活性剂压裂液的性能指标、仪器设备、试剂材料、压裂液试样制备、性能评价方法。

本标准适用于海水基交联压裂液及黏弹性表面活性剂压裂液的性能评价。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

SY/T 5107—2016 水基压裂液性能评价方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

海水基交联压裂液 seawater-based crosslinked fracturing fluid

以海水作为溶剂或者分散介质，以化学反应的方式形成的交联压裂液。

3.2

海水基黏弹性表面活性剂压裂液 seawater-based viscoelastic surfactant fracturing fluid

以海水作为溶剂或者分散介质，使用表面活性剂和助剂配制而成的具有一定黏弹性的压裂液。

3.3

螯合能力 chelating capability

螯合钙或镁离子浓度 (c) 以每升压裂液螯合钙或镁离子质量表示，数值单位为 mg/L。

3.4

综合螯合能力 comprehensive chelating capability

以蒸馏水配制的压裂液，螯合钙离子和镁离子的能力，以滴定溶液颜色表示。

4 性能指标

4.1 海水基交联压裂液

海水基交联压裂液性能指标见表 1。

4.2 海水基黏弹性表面活性剂压裂液

海水基黏弹性表面活性剂压裂液性能指标见表 2。

表 1 海水基交联压裂液性能指标

序号	项目		指标
1	螯合能力	螯合钙离子浓度, mg/L	≥ 600
		螯合镁离子浓度, mg/L	≥ 1500
		综合螯合能力	蓝色
2	交联压裂液基液表观黏度 mPa·s	$20\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 60\text{ }^{\circ}\text{C}$	10 ~ 40
		$60\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 120\text{ }^{\circ}\text{C}$	20 ~ 80
		$120\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 180\text{ }^{\circ}\text{C}$	30 ~ 150
3	交联压裂液基液溶解时间, min		≤ 60
4	交联压裂液交联时间 s	$20\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 60\text{ }^{\circ}\text{C}$	15 ~ 60
		$60\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 120\text{ }^{\circ}\text{C}$	30 ~ 120
		$120\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T < 180\text{ }^{\circ}\text{C}$	60 ~ 300
5	耐温耐剪切性	表观黏度, mPa·s	≥ 50
6	黏弹性	储能模量 G' , Pa	≥ 1.5
		耗能模量 G'' , Pa	≥ 0.3
7	静态滤失	滤失系数, $\text{m}/\sqrt{\text{min}}$	$\leq 1 \times 10^{-3}$
		初滤失量, m^3/m^2	$\leq 5 \times 10^{-2}$
8	基质渗透率损害率, %		≤ 25
9	动态滤失及其损害	初滤失量, m^3/m^2	$\leq 1.5 \times 10^{-3}$
		滤失系数, $\text{m}/\sqrt{\text{min}}$	$\leq 5 \times 10^{-2}$
		损害率, %	≤ 60
10	破胶性能	破胶时间, min	≤ 240
		破胶液黏度, mPa·s	≤ 5
11	表面张力, mN/m		≤ 28
12	界面张力, mN/m		≤ 2
13	残渣含量, mg/L		≤ 600
14	配伍性	破乳率, %	≥ 95
		是否生成沉淀	无
15	降阻率	室内测试, %	≥ 55

表 2 海水基黏弹性表面活性剂压裂液性能指标

序号	项目		指标
1	螯合能力	螯合钙离子浓度, mg/L	≥ 600
		螯合镁离子浓度, mg/L	≥ 1500
		综合螯合能力	蓝色
2	稠化时间, s	$20^{\circ}\text{C} \leq T < 60^{\circ}\text{C}$	15 ~ 60
		$60^{\circ}\text{C} \leq T < 120^{\circ}\text{C}$	30 ~ 120
		$120^{\circ}\text{C} \leq T < 180^{\circ}\text{C}$	60 ~ 300
3	耐温耐剪切性	表观黏度, mPa·s	≥ 20
4	黏弹性	储能模量 G' , Pa	≥ 2.0
		耗能模量 G'' , Pa	≥ 0.3
5	基质渗透率损害率, %		≤ 20
6	动态滤失渗透率损害率, %		≤ 40
7	破胶性能	破胶时间, min	≤ 240
		破胶液黏度, mPa·s	≤ 5
8	残渣含量, mg/L		≤ 100
9	配伍性	破乳率, %	≥ 95
		是否生成沉淀	无
10	降阻率	室内测试, %	≥ 55

5 仪器设备、试剂和材料

5.1 仪器设备

- 5.1.1 搅拌器：吴茵（Waring）混调器或同类仪器。
- 5.1.2 电子天平：精度 0.1g、0.0001g。
- 5.1.3 恒温水浴：工作温度为室温至 100℃，控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.1.4 密度计：符合 GB/T 4472—2011 中 4.3.3.2 规定的仪器。
- 5.1.5 精密 pH 试纸或 pH 计。
- 5.1.6 剪切过程模拟装置：符合 SY/T 5107—2016 中 6.1 规定的仪器。
- 5.1.7 常压同轴圆筒黏度计：符合 SY/T 5107—2016 中 7.4.1.2 规定的仪器。
- 5.1.8 高温高压同轴圆筒旋转黏度计：符合 SY/T 5107—2016 中 7.4.1.3 规定的仪器，控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 或同类仪器。
- 5.1.9 静态滤失仪：符合 SY/T 5107—2016 中 7.6.1 规定的仪器。
- 5.1.10 高温高压滤失仪及配套 No988 滤纸或同类产品。
- 5.1.11 品氏毛细管黏度计：直径 ϕ 为 0.6mm 或 0.8mm。
- 5.1.12 恒温干燥箱：工作温度为室温 ~ 200℃，控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.1.13 真空泵：抽气流量 2L/s ~ 4L/s，额定真空度 $6.66 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 。
- 5.1.14 离心机：转速为 0r/min ~ 4000r/min，配套离心管，其容量为 50mL。
- 5.1.15 表界面张力仪：内置天平精度 $\pm 0.0001\text{g}$ 。

5.1.16 管路摩阻仪：符合 SY/T 5107—2016 中 7.12.2 规定的仪器。

5.2 试剂与材料

5.2.1 化学试剂：氯化钾、氯化钠、氯化镁、氯化钙、碳酸钠、氯化铵、氨水、乙酸、酸性铬蓝 K、萘酚绿 B 等均为化学纯试剂。

5.2.2 煤油：航空煤油或低于航空煤油水分含量的煤油。

5.2.3 工业氮：氮气纯度 $\geq 99.2\%$ 。

6 压裂液试样制备

6.1 海水准备

实验所用海水应进行预处理，浊度应小于 30 NTU，测定海水 pH 值。

6.2 基液制备

6.2.1 量取按配方需要配制压裂液量的试验用水，倒入搅拌器中。

6.2.2 按配方称取所需添加剂的量，备用。

6.2.3 调节搅拌器转速至液体形成的旋涡可以见到搅拌器浆叶中轴顶端为止。

6.2.4 按顺序依次加入已称好的添加剂，稠化剂应缓慢加入，避免形成鱼眼，并时刻调整转速以保证达到 6.2.3 规定的旋涡状态。破胶剂应在制备冻胶前加入。

6.2.5 在加完全部添加剂后持续搅拌，形成均匀的溶液，停止搅拌。

6.2.6 将已配好的基液倒入烧杯中加盖，放入恒温 30℃ 水浴中静置恒温 4h，使基液黏度趋于稳定。

6.3 交联液制备

6.3.1 液体交联剂：按配方要求直接使用液体交联剂为交联液或按实际操作需要根据交联比稀释为所需浓度的交联液。

6.3.2 固体交联剂：按配方和交联比要求将固体交联剂均匀溶解为所需浓度的交联液。

6.4 交联压裂液制备方法

6.4.1 压裂液制备方法一

针对排除空气影响的情况使用。取 6.2 制备的基液倒入烧杯中，用玻璃棒搅拌液体。如需要则先加入破胶剂，然后边搅拌边加入交联液，直至形成均匀的冻胶，避免形成气泡。

6.4.2 压裂液制备方法二

针对忽略空气和气泡影响的情况使用。取 6.2 制备的基液倒入搅拌器中，调节搅拌器转速，使液面形成旋涡，直至液体形成的旋涡可以见到搅拌器浆叶中轴顶端为止，使搅拌器恒速转动。如需要则先加入破胶剂，然后将交联剂加入，直至旋涡逐渐消失为止。

6.5 黏弹性表面活性剂压裂液制备方法

取 6.2 制备的基液倒入烧杯中，用玻璃棒搅拌，边搅拌边加入胶束促进剂，直至形成均匀黏稠液体。

7 海水基压裂液性能评价方法

7.1 整合能力

7.1.1 方法提要

利用已知浓度的氯化钙或氯化镁滴定含有整合剂的压裂液基液，来测得整合钙或镁离子的浓度。滴定过程中 pH=10 的氨—氯化铵缓冲溶液中，金属混合指示剂的作用下，溶液为亮蓝色，当所有的整合剂与钙或镁离子反应完全后，再滴加钙或镁时，溶液中过量的钙或镁将会和指示剂反应得到紫色的络合物，此时溶液变为紫红色。

7.1.2 溶液配制

7.1.2.1 氨—氯化铵缓冲溶液：称取 54 g 氯化铵加入到 350 mL 氨水中，用蒸馏水定容至 1000 mL。

7.1.2.2 氯化钙标准滴定溶液： $c[\text{CaCl}_2]=1 \text{ mol/L}$ 。称取 111.0 g 氯化钙于 1000 mL 容量瓶中，加 50 mL 蒸馏水溶解，用蒸馏水稀释至 1000 mL。

7.1.2.3 氯化镁标准滴定溶液： $c[\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=1 \text{ mol/L}$ 。称取 203.3 g 氯化镁于 1000 mL 容量瓶中，加 50 mL 蒸馏水溶解，用蒸馏水稀释至 1000 mL。

7.1.2.4 混合指示剂：酸性铬蓝 K+ 萘酚绿 B+ 氯化钾（1+2+40，质量比）。

7.1.2.5 待测溶液：按照 6.2 的方法，用蒸馏水配制压裂液基液。

7.1.3 分析步骤

7.1.3.1 整合钙离子浓度：量取 100 mL 待测溶液至 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 氨—氯化铵缓冲溶液调节 pH 值为 10 左右，再加入混合指示剂，用氯化钙标准滴定溶液滴定至溶液由亮蓝色变为紫红色为终点。

7.1.3.2 整合镁离子浓度：量取 100 mL 待测溶液至 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 氨—氯化铵缓冲溶液调节 pH 值为 10 左右，再加入混合指示剂，用氯化镁标准滴定溶液滴定至溶液由亮蓝色变为紫红色为终点。

7.1.3.3 综合整合能力：量取 100 mL 待测溶液至 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 氨—氯化铵缓冲溶液调节 pH 值为 10 左右，再加入混合指示剂。先加入氯化钙标准滴定溶液 1.5 mL，再加入氯化镁标准滴定溶液 6.2 mL，摇晃均匀，观察溶液颜色。

7.1.4 结果计算

整合钙或镁离子浓度 (c) 以每升压裂液整合 Ca^{2+} 或 Mg^{2+} 表示，数值单位为 mg/L，按式 (1) 计算：

$$c = \frac{c_1 \cdot V_1 \cdot M}{V'} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_1 ——氯化钙或氯化镁标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 ——滴定消耗氯化钙或氯化镁标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

M ——钙或镁离子的摩尔质量，单位克每摩尔 (g/mol)；

V' ——待测溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

计算结果表示到小数点后一位。

三次平行测定结果的相对误差不大于 3% (质量分数)，取其平均值作为分析结果。

7.2 基液性能

7.2.1 表观黏度

按 6.2 规定制备压裂液基液，取 350mL 基液用常压同轴圆筒黏度计测定转速为 100r/min（剪切速率为 170s^{-1} ）下的表观黏度。

7.2.2 溶解时间

按照 6.2 的方法配制基液，在添加完全部添加剂后，每隔 5 min 按照 7.2.1 方法测量基液表观黏度，连续测量 60min。基液在连续测量下的表观黏度达到恒温 4 h 时表观黏度 90% 的时间为溶解时间。

7.2.3 pH 值

压裂液基液按 6.2 制备，测定压裂液基液 pH 值，用精密 pH 试纸或 pH 计测定。

7.2.4 密度

压裂液基液按 6.2 制备，测定压裂液基液密度，按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 的规定执行。

7.3 交联时间

按 SY/T 5107—2016 中 7.3 执行。

7.4 耐温耐剪切能力

7.4.1 在高温高压同轴圆筒黏度计样品杯中加满压裂液后，用压力不低于 2.75MPa 的氮气为体系加压。加压完成后开始升温，控制升温速度为 $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，从 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始试验，同时转子以剪切速率 170s^{-1} 转动，温度达到要求测试的温度后，保持剪切速率和温度不变，测定表观黏度直至达到要求的剪切时间为止。测试温度为压裂液适用温度，测试时间为压裂作业施工时间。

7.4.2 用全过程取值对应的时间、温度和表观黏度关系来确定压裂液耐温耐剪切能力。

7.5 流变参数

7.5.1 测试程序

7.5.1.1 在液体配制完成之后，立即将液体加入到高温高压同轴圆筒黏度计中，加入足够覆盖转子的压裂液的量后，用压力不低于 2.75MPa 的氮气为体系加压，加压完成后开始 100s^{-1} 剪切。记录开始剪切流体时的时刻为 0s，此时开始加热。所有环节应在 45s 之内完成。

7.5.1.2 从 0s 开始到 20min 的这一段时间里尽快升温到实验温度，在实验的其他时间里，流体温度的变化应在测试温度的 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内变化。

7.5.1.3 实验从 20min 到 125min，每隔 15min 进行一次变剪切速率过程，推荐变剪切速率为 100s^{-1} 、 75s^{-1} 、 50s^{-1} 、 25s^{-1} 、 50s^{-1} 、 75s^{-1} 、 100s^{-1} ，除变剪切速率外，其他时间采用 100s^{-1} 恒速剪切。

7.5.1.4 变剪切的循环过程只能采取升序剪切或者降序剪切，不能同时采用。如果按升序剪切速率，则 25s^{-1} 剪切 50s（变速时间 5s，稳定转速时间 40s，记录数据时间 5s），以后 50s^{-1} 、 75s^{-1} 、 100s^{-1} 各剪切 35s（每个剪切速率的变速时间 5s，稳定转速时间 25s，记录数据时间 5s），每个升序剪切过程合计时间为 165s。如果按降序剪切速率，则 100s^{-1} 剪切 30s（变速时间 0s，稳定转速时间 25s，记录数据时间 5s），以后 75s^{-1} 、 50s^{-1} 、 25s^{-1} 各剪切 35s（变速时间 5s，稳定转速时间 25s，记录数据时间 5s），整个降序的剪切时间为 145s。

7.5.1.5 从 125min 至 155min 恒定 100s^{-1} 剪切 30min。

7.5.1.6 155min 之后变剪切速率开始的时间由操作者控制，但应记录变化的过程。

7.5.2 计算

流变参数 K_v 和 n 按假塑性幂律流体公式计算：

$$\tau = K_v \cdot \gamma^n \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

τ ——剪切应力，单位为毫帕（mPa）；

K_v ——稠度系数，单位为毫帕秒 n 次方（ $\text{mPa} \cdot \text{s}^n$ ）；

γ ——剪切速率，单位为秒的负一次方（ s^{-1} ）；

n ——幂律指数。

根据实验得出 τ 和 γ 值，对公式（2）两边取对数得公式（3）：

$$\lg \tau = \lg K_v + n \lg \gamma \quad \dots\dots\dots (3)$$

在双对数坐标上做出 τ - γ 的曲线，斜率为 n ，截距为 K_v 。每次计算的稠度系数 K_v 和幂律指数 n 需注明相关系数的平方（ R^2 ）的值。

7.6 黏弹性

7.6.1 测量系统的选择

7.6.1.1 粗略判断冻胶强度，完全不能挑挂的试样为弱冻胶，挑挂性特别好的为强冻胶，介于中间的为中等强度冻胶。

7.6.1.2 对于弱冻胶（ $G' < 1\text{Pa}$ ）试样，选用直径为 35mm 或 60mm 的锥板系统。

7.6.1.3 对于中等强度冻胶（ $1\text{Pa} \leq G' \leq 10\text{Pa}$ ）试样，随强度增大，可选用 35mm 或 60mm 的锥板系统或 20mm 带齿的平板系统。

7.6.1.4 对于强冻胶（ $G' > 10\text{Pa}$ ）试样，选用直径为 20mm 或 35mm 带齿的平板系统。

7.6.2 振荡模式测量程序

7.6.2.1 升至（或降至）实验温度并恒温，误差为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

7.6.2.2 放置试样，选择振荡测量模式，在 0.1Hz 下进行应力扫描（宜设置应力范围 0.01Pa ~ 100Pa）或应变扫描（宜设置应变范围 0.01% ~ 100%），在应力扫描 / 应变扫描曲线上取模量相对恒定的阶段为线性黏弹区。

7.6.2.3 在线性黏弹区内选定一个应力值 / 应变值（一般选取线性黏弹区 1/2 ~ 2/3 间的应力值），进行频率扫描或时间扫描。

7.6.2.4 用全过程取值对应的储能模量 G' 和耗能模量 G'' 来确定压裂液黏弹性。

7.7 静态滤失性

按 SY/T 5107—2016 中 7.6 执行。

7.8 岩心基质渗透率损害率

按 SY/T 5107—2016 中 7.7 执行。

Q/HS 2111—2018

7.9 动态滤失损害率

按 SY/T 5107—2016 中 7.8 执行。

7.10 破胶性能

按 SY/T 5107—2016 中 7.9 执行。

7.11 残渣含量

按 SY/T 5107—2016 中 7.10 执行。

7.12 压裂液与地层流体的配伍性

按 SY/T 5107—2016 中 7.11 执行。

7.13 降阻率

按 SY/T 5107—2016 中 7.12 执行。

中国海洋石油集团有限公司
企业标准
海水基压裂液性能指标及评价方法
Q/HS 2111—2018

*

石油工业出版社出版
(北京安定门外安华里二区一号楼)
北京中石油彩色印刷有限责任公司排版印刷
(内部发行)

*

880×1230 毫米 16 开本 1 印张 23 千字 印 1—350
2019 年 3 月北京第 1 版 2019 年 3 月北京第 1 次印刷
书号：155021·19202 定价：20.00 元
版权专有 不得翻印