

# Q/SH 1500

中国石化西南油气分公司企业标准

Q/SH 1500 0029—2022

代替 Q/SH 1500 0029-2019

## 压裂材料技术规范

2022 - 09 - 28 发布

2022 - 10 - 01 实施

中国石化西南油气分公司 发布

谢志 2022-09-29 08:54:46

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 压裂配液用水 .....	1
4 羟丙基瓜胶 .....	7
5 胍胶压裂液用交联剂 .....	8
6 杀菌剂 .....	10
7 助排剂 .....	11
8 粘土稳定剂 .....	13
9 破乳剂 .....	14
10 起泡剂 .....	15
11 胶囊破胶剂 .....	17
12 纤维 .....	17
13 温度稳定剂 .....	20
14 降阻剂 .....	21
15 聚合物压裂液用有机锆交联剂 .....	27
16 胍胶压裂液 .....	28
17 聚合物压裂液 .....	29
18 支撑剂 .....	33
19 暂堵剂 .....	36
20 检验规则 .....	37
21 标志、包装、运输、贮存 .....	38
22 HSE 要求 .....	38

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替Q/SH 1500 0029—2019《压裂材料技术规范》，本文件与Q/SH 1500 0029—2019相比，除编辑性修改外，主要变化如下：

——删除了配制压裂液用返排液“细菌含量”技术指标及测试程序，增加了“黏度保持率”技术指标及测试程序（见第3章）；

——修改了交联剂名称，增加了“破胶液”技术指标及测试程序（见第5章）；

——修改了助排剂“表面张力”、“界面张力”技术指标（见7.1）；

——修改了防乳破乳剂名称及技术指标（见9.1）；

——修改了胶囊破胶剂技术指标（见11.1）；

——修改了纤维技术指标及测试程序（见第12章）；

——增加了降阻剂类型、技术要求及测试程序（见第14章）；

——增加了聚合物压裂液用交联剂技术要求及测试程序（见第15章）；

——删除了增效剂技术指标及测试程序；

——删除了抗盐降阻水技术指标及测试程序；

——修改了胍胶压裂液技术指标（见16.1）；

——修改了页岩气压裂液名称、技术指标及测试程序（见第17章）；

——修改了支撑剂技术指标（见18.1）；

——增加了暂堵剂技术指标及测试程序（见第19章）；

——修改了检验规则（见第20章）；

——修改了标志、包装、运输、贮存（见第21章）；

——修改了HSE要求（见第22章）。

本文件由中国石化西南油气分公司采油气工程专业标准化委员会提出。

本文件由中国石化西南油气分公司科技部归口。

本文件起草单位：中国石化西南油气分公司石油工程技术研究院。

本文件主要起草人：刘徐慧、潘宝凤、陈颖祎、杨东梅、夏海英、谭佳、王佳、刘多容、任娟、周建伟、刘圆、陈智晖、杨文静。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2014年首次发布为Q/SH 1500 0029—2014；

——2016年第二次修订；2017年第三次修订；2019年第四次修订；

——本次为第五次修订。

# 压裂材料技术规范

## 1 范围

本文件规定了压裂材料的技术要求、测试程序、检验规则、标志、包装、运输、贮存。  
本文件适用于压裂材料的性能测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190-2009 危险货物包装标志
- GB 253 煤油
- GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 10247-2008 粘度测量方法
- SY/T 5107 水基压裂液性能评价方法
- SY/T 5370 表面及界面张力测定方法
- SY/T 5490 钻井液试验用土
- SY/T 5971 油气田压裂酸化及注水用粘土稳定剂性能评价方法
- Q/SHCG 42 压裂和砾石充填用石英砂技术要求
- Q/SHCG 61 作业用起泡剂技术要求
- Q/SHCG 64 压裂用瓜尔胶和羟丙基瓜尔胶技术要求
- Q/SHCG 68 压裂用陶粒支撑剂技术要求
- Q/SHCG 69 压裂酸化用助排剂技术要求
- Q/SHCG 152 压裂酸化用水溶性聚合物类暂堵剂及暂堵球技术要求
- Q/SHCG 153 压裂用覆膜石英砂技术要求

## 3 压裂配液用水

### 3.1 技术指标

压裂配液用水技术指标应满足表1-表2要求。

表1 配制压裂液用清水技术指标

序号	项目	技术指标
1	外观	澄清、透明
2	pH值	6-7
3	固相含量/(mg/L)	≤1000
4	浊度/FTU	≤20

表2 配制压裂液用返排液技术指标

序号	所配压裂液种类	项目	技术指标
1	聚合物压裂液	总矿化度/(mg/L)	≤30000
		总硬度/(mg/L)	≤2000
		总铁/(mg/L)	≤10
		悬浮物固体含量/(mg/L)	≤1000
		pH 值	6~9
		配伍性	无沉淀、无絮凝
2	胍胶压裂液	总矿化度/(mg/L)	≤20000
		总硬度/(mg/L)	≤800
		总铁/(mg/L)	≤10
		悬浮物固体含量/(mg/L)	≤1000
		pH 值	≥6
		基液黏度保持率/%	≥90

## 3.2 试剂与仪器

### 3.2.1 试剂

试剂应符合以下要求:

- a) (1+1)过氧化氢溶液;
- b) 2% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液;
- c) 6 mol/L 盐酸溶液;
- d) 10%氨水: 量取 440 mL 氨水, 稀释至 1000 mL;
- e) 1+1 三乙醇胺溶液;
- f) 铬黑 T 指示剂: 称取 0.5 g 铬黑 T 和 4.5 g 盐酸羟胺, 溶于 100 mL 95%乙醇中, 储于棕色瓶中;
- g) 替代品: 酸性铬兰 K-萘酚绿 B 指示剂;
- h) pH=10 氨—氯化铵缓冲溶液: 称取 54 g 氯化铵, 溶于 200 mL 水中, 加 350 mL 氨水, 用水稀释 1000 mL;
- i) 0.01mol/L EDTA 标准溶液;
- j) 盐酸 (1+10) 溶液: 吸取 10 mL 盐酸, 置于内装 100 mL 水的具塞磨口瓶中, 塞紧瓶塞, 混匀待用;
- k) 氨水 (1+1) 溶液: 吸取 100 mL 氨水, 置于内装 100 mL 水的具塞磨口瓶中, 塞紧瓶塞, 混匀待用;

- l) 盐酸羟胺 (100 g/L) 溶液: 称取 10.0 g 盐酸羟胺, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度;
- m) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈4.5): 称取 164 g 乙酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), 溶于水, 加 84 mL 乙酸 (冰醋酸), 加去离子水稀释至 1000 mL;
- n) 铁标准溶液 (0.01 g/L): 取 10.0 mL 硫酸铁铵标准溶液 (0.1 g/L), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。本溶液要求现配现用;
- o) 邻菲罗啉 (2 g/L) 溶液: 称取 0.20 g 邻菲罗啉 ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), 加少量水振摇至溶解 (必要时加热), 稀释至 100 mL;
- p) 标准缓冲溶液: pH 标准缓冲溶液 1 (pH4.008, 25℃); pH 标准缓冲溶液 2 (pH6.865, 25℃)。

### 3.2.2 仪器

仪器应符合以下要求:

- a) 散射式光电浊度仪;
- b) 广泛 pH 试纸;
- c) 直径 90mm 蒸发皿;
- d) 烘箱;
- e) 水浴或电热套;
- f) 电子天平;
- g) TDS (total dissolved solids) 笔;
- h) 滴定管: 25mL 酸式;
- i) 硬度检测试纸, 测量范围 0 mg/L~500 mg/L;
- j) 全玻璃微孔滤膜过滤器;
- k) GN~CA 滤膜、孔径 0.45  $\mu\text{m}$ 、直径 60mm;
- l) 吸滤瓶、真空泵;
- m) 扁咀无齿镊子;
- n) 酸度计或离子计;
- o) 玻璃电极、饱和甘汞电极;
- p) 六速旋转黏度计: ZNN-D6 型或类似产品;
- q) 电热恒温水浴锅: 工作温度为室温~95℃, 控温精度  $\pm 1^\circ\text{C}$ ;
- r) 混调器: 吴茵混调器或同类产品。

### 3.3 测试程序

#### 3.3.1 外观

将样品放入比色管中, 在光线充足的条件下观察压裂用清水外观。

#### 3.3.2 pH 值

##### 3.3.2.1 试纸法

用广泛 pH 试纸测试待测水样。

##### 3.3.2.2 玻璃电极法

- a) 采样按采样要求, 采取具有代表性的水样。操作程序按仪器使用说明书进行。
- b) 仪器校准。

- c) 测定水样 pH 先用蒸馏水冲洗电极，在用水样冲洗，然后将电极浸入样品中，小心摇动试杯或进行搅拌，以加速电极平衡，静置，待读数稳定时记下 pH 值。

### 3.3.3 固相含量

离心管烘干至恒重（质量为 $m_1$ ），取 $V$ （一般为50 mL）样品于离心管中，在离心机中以3000 r/min 离心30分钟，缓慢倒出上层清液，将50 mL蒸馏水倒入离心管中，在离心机中以3000 r/min离心20分钟，倾出上层清液，将离心管放入恒温烘箱中，在105 °C下烘干至恒重（质量为 $m_2$ ）。固相含量按照公式（1）计算：

$$C_s = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 10^6 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $C_s$  ——水样固相含量，mg/L；
- $m_1$  ——烘干恒重的离心管质量，g；
- $m_2$  ——烘干恒重的离心管和固相总质量，g；
- $V$  ——水样体积，mL。

### 3.3.4 浊度

接好散射式光电浊度仪电源，预热30 min，用标准浊度板调试仪器至规定值，再用蒸馏水校正零位。在250 mL广口瓶内倒入压裂返排液样品100 mL，用手水平晃动0.5 min，45次（不能搅动），放置5min，将压裂返排液样品用医用注射器按仪器量要求注入比色皿中放入仪器进行测量，直接从仪器显示屏上读取浊度。

### 3.3.5 总矿化度

#### 3.3.5.1 重量法

3.3.5.1.1 将清洗干净的蒸发皿置于110 °C烘箱中烘2 h，放入干燥器中冷却至室温后称重，重复烘干称重，直至恒重(两次称重相差不超过0.0005 g)。

3.3.5.1.2 取70 mL~80 mL水样用中速定量滤纸过滤至干燥洁净的烧杯中。

3.3.5.1.3 用25 mL移液管准确移取过滤后水样50 mL，置于已称重的蒸发皿中，加入5 mL2%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液，于电热套上蒸干。整个蒸干过程要严格控制温度，不可明显沸腾，以免发生迸溅导致结果偏低。

3.3.5.1.4 如蒸干残渣有色，则使蒸发皿稍冷后，滴加(1+1)的过氧化氢溶液数滴，慢慢旋转蒸发皿至气泡消失，再置于水浴上蒸干，反复处理数次，直至残渣变白或颜色稳定不变为止。

3.3.5.1.5 将蒸发皿放入烘箱内于180 °C烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温，称重，重复烘干称重，直至恒重(两次称重相差不超过0.0005g)。总矿化度按照公式（2）计算：

$$M = \frac{W - W_0 - W_N}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $W$  ——蒸发皿及残渣的总质量，g；
- $W_0$  ——蒸发皿质量，g；
- $W_N$  —— $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 质量，g；
- $V$  ——水样体积，L。

#### 3.3.5.2 TDS 笔测试法

- a) 取下保护套。
- b) 轻触“ON/OFF”开关，接通电源。
- c) 将TDS笔插入被测溶液中，直到液体浸到略低于“浸没线”的位置。
- d) 轻轻晃动仪器，待示值稳定后读数。
- e) 使用完毕，按“ON/OFF”，关掉电源，用蒸馏水或酒精清洗电极，套上保护套。

### 3.3.6 总硬度

#### 3.3.6.1 EDTA法

吸取水样50 mL，移入250 mL锥形瓶中，加入5 mL氨—氯化铵缓冲溶液，2~4滴铬黑T指示剂，用0.01mol/L EDTA标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。水样中总硬度含量X（毫克/升，以CaCO<sub>3</sub>计），按公式（3）计算：

$$X = \frac{V \times M \times 100.08}{V_w} \times 1000 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

$V$  ——滴定时EDTA标准溶液消耗体积，mL；

$M$  ——EDTA标准溶液浓度，mol/L；

$V_w$  ——水样体积，mL；

100.08——碳酸钙摩尔质量，g/mol。

**注意事项：**

- a) 若水样中有铁、铝干扰测定时，加1+1三乙醇胺1~3mL加以掩蔽；
- b) 若水样中有少量的锌离子时，取样后可加β—氨基乙硫醇0.5mL加以掩蔽，若锌含量高，可另测锌含量，而后从总硬度中减去；
- c) 若测定中有返色现象，可将水样经中速滤纸干过滤，除去悬浮的碳酸钙。

#### 3.3.6.2 离子色谱法

按GB/T 15454的规定执行。

#### 3.3.6.3 试纸法

- a) 取10 mL水样备用。
- b) 取出一条试纸，手勿接触反应区，将反应区浸入被测水样10s。
- c) 取出试纸，静置60 s比色，得出硬度数值，若水样超出测量范围，稀释后再次测试。

### 3.3.7 总铁

#### 3.3.7.1 标准曲线绘制

按表3量取铁标准溶液（0.01 g/L）分别置于6个50 mL容量瓶中。分别加入10 mL盐酸（1+10）溶液，加水至20 mL，用氨水（1+1）溶液调至溶液pH值为2，然后加入1 mL盐酸羟胺（100 g/L）溶液、5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH≈4.5）和2 mL邻菲罗啉（2 g/L）溶液，用水稀释至刻度，摇匀。静置15 min。在波长510 nm处，用空白溶液调整分光光度计零点，测定溶液吸光度。以铁离子含量（μg）为横坐标，与其对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

表3 标准溶液配制要求

铁标准溶液体积/mL	对应的铁质量/ $\mu\text{g}$
0	0
2.0	20
4.0	40
6.0	60
8.0	80
10.0	100

### 3.3.7.2 试料溶液制备

将样品倒入烧杯中进行搅拌，调整转速至清晰可见叶片根部，搅拌均匀后量取8.6 mL样品，称量（精确至0.01 g），置于内装50 mL水的100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后从容量瓶中量取10.0 mL试样溶液置于锥形瓶中。

### 3.3.7.3 测定

3.3.7.3.1 向3.3.7.2试料中加入10 mL盐酸（1+10）溶液，用氨水（1+1）溶液调至溶液pH为1，然后加1 mL盐酸羟胺（100 g/L）溶液，放进水浴锅升温至100 °C后沸水浴30 min。取出，冷却至室温移至50 mL容量瓶中，用氨水（1+1）溶液调至溶液pH为2~3，加5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH $\approx$ 4.5）和2 mL邻菲罗啉（2 g/L）溶液，用水稀释至刻度，摇匀。静置15 min。

3.3.7.3.2 用水清洗0.45  $\mu\text{m}$ 滤膜，洗净后，放入洁净的称量瓶中，在105 °C $\pm$ 2 °C恒温干燥箱中烘至恒重（称量瓶自烘箱中取出后，应放入干燥器中冷却30 min）。将滤膜装入滤膜夹持器中并与滤筒连接。将上述试液充分摇匀后倒入滤筒并抽滤，直至滤液浊度小于0.50 NTU（必要时多次抽滤）。

3.3.7.3.3 在波长510 nm处，用空白溶液调整分光光度计零点，将样品倒入比色皿测定溶液吸光度。铁含量mg/L计，按公式（4）计算：

$$P = \frac{m}{V} \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m$ ——由标准曲线上查得的试料中铁质量的数值， $\mu\text{g}$ ；

$V$ ——水样体积，mL；

$P$ ——总铁含量，mg/L。

**注意事项：**

- 含CN<sup>-</sup>或S<sup>2-</sup>离子水样酸化时，必须小心进行，因为会产生有毒气体，在通风橱内操作。
- 方法建议测定浓度下限0.40 mg/L，测定浓度上限为5.00 mg/L。对稀释后铁离子浓度不在此范围的水样，可调整稀释比例后再按本方法进行测定；样品本身浓度低时，可换用30 mm或50 mm的比色皿。

### 3.3.8 悬浮固体含量

#### 3.3.8.1 滤膜准备

用扁咀无齿镊子夹取微孔滤膜放于事先恒重的称量瓶里，移入烘箱中于103 °C~105 °C烘干半小时后取出置干燥器内冷却至室温，称其重量。反复烘干、冷却、称量，直至两次称量的重量差 $\leq$ 0.2 mg。将恒重的微孔滤膜正确的放在滤膜过滤器的滤膜托盘上，加盖配套的漏斗，并用夹子固定好。以蒸馏水

湿润滤膜，并不断吸滤。

### 3.3.8.2 测定

量取充分混合均匀的试样100 mL抽吸过滤。使水分全部通过滤膜。再以每次10 mL蒸馏水连续洗涤三次，继续吸滤以除去痕量水分。停止吸滤后，仔细取出载有悬浮物的滤膜放在原恒重的称量瓶里，移入烘箱中于103 ℃~105 ℃下烘干一小时后移入干燥器中，使冷却到室温，称其重量。反复烘干、冷却、称量，直至两次称量的重量差≤0.4 mg为止。悬浮物含量C(mg/L)按公式(5)计算：

$$C = \frac{(A-B) \times 10^6}{V} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

C——水中悬浮物浓度，mg/L；

A——悬浮物+滤膜+称量瓶重量，g；

B——滤膜+称量瓶重量，g；

V——试样体积，mL。

#### 注意事项

滤膜上截留过多的悬浮物可能夹带过多的水分，除延长干燥时间外，还可能造成过滤困难，遇此情况，可酌情少取试样。滤膜上悬浮物过少，则会增大称量误差，影响测定精度，必要时，可增大试样体积。一般以5 mg~100 mg悬浮物量作为量取试样体积的实用范围。

### 3.3.9 配伍性

#### 3.3.9.1 与其他水源水配伍性

将返排液与其他水源水按实际使用比例混配，在储层温度下恒温24 h，观察是否产生沉淀。

#### 3.3.9.2 与添加剂之间配伍性

将配液用添加剂按配方要求顺序依次加入，室温下观察是否产生沉淀。

### 3.3.10 黏度保持率

量取500 mL返排液倒入吴茵混调器样品杯中，称取并加入2.5 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为50 V-55 V，搅拌5 min，将溶液倒入广口瓶中，加盖，置于30 ℃水浴中恒温4 h，用六速旋转黏度计在100 rpm下(表观黏度值为黏度计读数的3倍)测定基液黏度，在30 ℃水浴中放置72 h，再用六速旋转黏度计在100 rpm下(黏度计读值为表观黏度值的3倍，下同)测定基液黏度，黏度保持率按照公式(6)计算：

$$\Delta\eta = \frac{\eta}{\eta_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\Delta\eta$  ——黏度保持率，%；

$\eta_0$  ——基液初始黏度，mPa·s；

$\eta$  ——72 h后基液黏度，mPa·s。

## 4 羟丙基瓜胶

### 4.1 技术指标

技术指标应满足表4要求。

表4 压裂用羟丙基瓜胶技术指标

序号	项目	技术指标
1	外观	淡黄色粉末
2	$\Phi 200 \times 50-0.125/0.09$ 筛余量/%	$\leq 1$
3	$\Phi 200 \times 50-0.071/0.05$ 筛余量/%	$\leq 10$
4	含水率/%	$\leq 10$
5	pH值 (0.6 %水溶液)	6.5-7.5
6	表观黏度 (30 °C, 170 s <sup>-1</sup> , 0.6%) / (mPa·s)	$\geq 113$
7	水不溶物/%	$\leq 4$
8	交联性能	能用玻璃棒挑挂
9	流动性	好
10	羟丙基取代度MS	$\geq 0.30$

注：筛余量、含水率以及水不溶物含量检测结果均保留两位小数。表观黏度保留3位有效数字。

#### 4.2 试剂与仪器

参照Q/SHCG 64。

#### 4.3 测试程序

按照Q/SHCG 64执行。

### 5 胍胶压裂液用交联剂

#### 5.1 技术指标

胍胶压裂液用速交联剂、延迟交联剂及高温交联剂三种交联剂技术指标应满足表5要求。

表5 胍胶压裂液用交联剂技术指标

类型	项目	技术指标		
速交联剂	外观	均匀液体		
	密度/(g/cm <sup>3</sup> )	1.00-1.30		
	溶解性	水溶性好		
	耐温耐剪切能力/ 交联时间	温度/°C	瓜胶用量/%	黏度/交联时间
		60	0.30	170s <sup>-1</sup> 剪切90 min, 黏度 $\geq 80$ mPa·s; 交联时间 $\leq 30$ s
破胶液黏度 /(mPa·s)	$\leq 5.0$			
延迟交联剂 (A:B型)	外观	均匀液体		
	密度/(g/cm <sup>3</sup> )	1.00-1.30		
	溶解性	水溶性好		

表 5 胍胶压裂液用交联剂技术指标（续）

类型	项目	技术指标		
		温度/℃	瓜胶用量/%	黏度/交联时间
延迟交 联剂 (A:B 型)	耐高温剪切能力/ 交联时间	80	0.40	170s <sup>-1</sup> 剪切90 min, 黏度≥80 mPa·s ; 交联时间: 60-120 s
		100	0.50	170s <sup>-1</sup> 剪切90 min, 黏度≥80 mPa·s; 交联时间: 90-300 s
		120	0.50	170s <sup>-1</sup> 剪切90 min, 黏度≥80 mPa·s; 交联时间: 90-300 s
	破胶液黏度 /(mPa·s)	≤5.0		
高温交 联剂 (A:B 型)	外观	均匀液体		
	密度/(g/cm <sup>3</sup> )	1.00-1.30		
	溶解性	水溶性好		
	耐高温剪切能力/ 交联时间	温度/℃	瓜胶用量/%	黏度/交联时间
		140	0.60	170s <sup>-1</sup> 剪切120 min, 黏度≥80 mPa·s; 交联时间: 90-300 s
		160	0.60	170s <sup>-1</sup> 剪切120 min, 黏度≥50 mPa·s; 交联时间: 90-300 s
180	0.60	170s <sup>-1</sup> 剪切120 min, 黏度≥50 mPa·s; 交联时间: 90-300 s		
破胶液黏度 /(mPa·s)	≤5.0			
注: 交联剂与分公司招标采购的各种单剂及所形成的压裂液体系配伍性好。				

## 5.2 试剂与仪器

### 5.2.1 试剂

试剂应符合以下要求:

- 羟丙基瓜胶: 一级品;
- 碳酸钠: 分析纯;
- 氢氧化钠: 分析纯;
- 过硫酸铵: 分析纯;
- 高纯氮: 纯度≥99.99%;
- 蒸馏水: 三级。

### 5.2.2 仪器

仪器应符合以下要求:

- 电子天平: 精度 0.01 g;
- 六速旋转黏度计: ZNN-D6 型或类似产品;
- 流变仪: MARS 高温高压流变仪以及同类产品;
- 电热恒温水浴锅: 工作温度为室温~95℃, 控温精度±1℃;
- 烘箱: 温度范围为室温~200℃, 控温精度为±1℃;
- 广泛 pH 试纸;
- 电子秒表: 精度 0.01s;
- 毛细管黏度计: 品式毛细管黏度计;
- 高纯氮气加压装置;

- j) 密度计：分度值为  $0.001 \text{ g/cm}^3$ ；
- k) 碘量瓶：250 mL；
- l) 磁力搅拌器。

### 5.3 测试程序

#### 5.3.1 胍胶压裂液基液制备

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，倒入规定量的羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为50 V~55 V，搅拌5min，倒入烧杯中，加入规定量碳酸钠（储层温度60 ℃：0.5 g；储层温度80–120 ℃：1.0 g；储层温度140–180 ℃：1.5 g），用立式搅拌器继续搅拌7min，形成均匀溶液，放入30 ℃水浴中恒温4小时，备用。

#### 5.3.2 外观

取20 mL液体交联剂样品放到比色管中，观察有无分层、沉淀现象。

#### 5.3.3 密度

液体交联剂密度测定按照GB/T 4472中的密度计法执行。

#### 5.3.4 溶解性

用量筒量取5 mL配制好的交联剂样品溶于装有95 mL蒸馏水的烧杯中，用玻璃棒搅拌均匀，观察溶液有无分层、悬浮或沉淀。如果无分层、悬浮或沉淀，则水溶性好。

#### 5.3.5 交联时间

取5.3.1制备好的基液100 mL，放入烧杯中，加入适量交联剂，用玻璃棒搅拌，从开始搅拌到形成可以用玻璃棒完全挑挂的冻胶时间作为交联时间。

#### 5.3.6 耐温耐剪切能力

取5.3.1制备好的基液50 mL，加入适量交联剂，用玻璃棒搅拌形成冻胶，放入MARS高温高压流变仪或同类设备样品杯中，用氮气加压0.7 MPa后，在规定温度下进行耐温耐剪切能力测试。

#### 5.3.7 破胶性能

取5.3.1制备好的基液100 mL于250 mL的碘量瓶中，置于磁力搅拌器上，放入转子，设置转速为500 r/min。加入0.1 g过硫酸铵，再按照表4中的要求加入交联剂试样，搅拌至液面完全凸起后，制成冻胶。取出转子，将碘量瓶加盖密封后置于90 ℃恒温水浴中，加热破胶4 h。将破胶后的液体静置冷却到室温，取破胶液的上层清液，用品氏毛细管黏度计按GB/T 10247-2008中2.4和2.5条款，测定30 ℃温度下的破胶液黏度。

每个样品做三个平行样，取算术平均值为测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于0.5%，测试结果的数值修约依据GB/T 265进行。

## 6 杀菌剂

### 6.1 技术指标

杀菌剂技术指标应满足表6要求。

表6 杀菌剂技术指标

序号	项目	技术指标
1	pH值	6-7
2	配伍性	与压裂液混配，无絮凝、无分层、无沉淀
3	基液黏度保持率（72 h）/%	≥90

## 6.2 试剂与仪器

### 6.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- a) 羟丙基瓜胶：一级品；
- b) 粘土稳定剂：工业品；
- c) 助排剂：工业品；
- d) 碳酸钠：分析纯；
- e) 蒸馏水：三级。

### 6.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- a) 六速旋转黏度计：ZNN-D6 型或类似产品；
- b) 电热恒温水浴锅：工作温度为室温~95℃，控温精度±1℃；
- c) 混调器：吴茵混调器或同类产品。

## 6.3 测试程序

### 6.3.1 pH 值

用广泛pH试纸测定杀菌剂的pH值。

### 6.3.2 配伍性

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，称取并加入2.5 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为50 V -55 V，搅拌5 min，倒入烧杯中，依次加入2.5 mL粘土稳定剂，2.5 mL助排剂以及1.0 g碳酸钠。用立式搅拌器继续搅拌7min，形成均匀溶液，将溶液倒入烧杯中，加盖，置于30℃水浴中恒温4 h后，再加入1.5 mL杀菌剂，快速搅拌，静置10min，观察溶液有无分层、沉淀或絮凝现象。

### 6.3.3 基液黏度保持率

按3.3.10执行。

## 7 助排剂

### 7.1 技术指标

助排剂技术指标应满足表7要求。

表7 助排剂技术指标

序号	项目	技术指标	
1	pH值	6-7	
2	溶解性	水溶、酸溶	
3	表面张力 (0.3%水溶液) / (mN/m)	≤28	
4	界面张力 (25 °C, 0.3%水溶液) / (mN/m)	≤2	
5	润湿性	水润湿	
6	热稳定性 (0.3%水溶液, 150 °C, 3 d)	表面张力 / (mN/m)	≤30
		界面张力 / (mN/m)	≤3
注: 助排剂与分公司招标采购的各种单剂及所形成的压裂液体系配伍性好。			

## 7.2 试剂与仪器

### 7.2.1 试剂

试剂应符合以下要求:

- 羟丙基瓜胶: 一级品;
- 粘土稳定剂: 工业品;
- 助排剂: 工业品;
- 碳酸钠: 分析纯;
- 蒸馏水: 三级;
- 石英砂: 粒径不大于 0.045 mm。

### 7.2.2 仪器

仪器应符合以下要求:

- 表面张力仪: K100 或同类产品;
- 比色管: 50 mL;
- 陈化釜: 有效容积 ≥ 300 mL, 耐温 300 °C, 耐压 10 MPa;
- 烧杯: 200 mL, 1000 mL;
- 量筒: 100 mL, 1000 mL;
- 电子天平: 精度为 0.0001 g;
- 烘箱: 温度范围为室温 ~ 200 °C, 控温精度为 ± 1 °C;
- 电热恒温水浴锅: 工作温度为室温 ~ 95 °C, 控温精度 ± 1 °C。

## 7.3 测试程序

### 7.3.1 pH值、溶解性、表面张力、界面张力、润稳定性

测试程序按照Q/SHCG 69执行。

### 7.3.2 润湿性

烧杯中放入50 mL质量分数为0.3%的助排剂水溶液, 加入10 cm<sup>3</sup>石英砂, 静置30 min。把水溶液缓慢倒入另一烧杯中, 再缓慢地加入50 mL煤油。用半微量勺缓慢地将砂子加入烧杯中并让其通过煤油沉降到水中, 观察砂子在水相和油相中形成团块的趋势。

结果描述：在水中分散、在油中形成团块的为水润湿。

## 8 粘土稳定剂

### 8.1 技术指标

粘土稳定剂技术指标应满足表8要求。

表8 粘土稳定剂技术指标

序号	项目	技术指标
1	溶解性	与水互溶
2	pH值	6-7
3	膨胀体积（加量2%）/mL	≤3.0
4	配伍性	与压裂液混合后，无絮凝、无沉淀、无分层，且粘土稳定剂加入前后体系pH值变化≤0.5。室温下静置3 d，体系pH值下降≤0.5。
注：粘土稳定剂不能为铵类无机盐。		

### 8.2 试剂与仪器

#### 8.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- a) 羟丙基瓜胶：一级品；
- b) 蒸馏水：三级；
- c) 杀菌剂：工业品；
- d) 助排剂：工业品；
- e) 碳酸钠：分析纯；
- f) 钠膨润土：符合SY/T 5490的要求；
- g) 煤油：符合GB 253规定。

#### 8.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- a) 搅拌器：吴茵混调器或同类产品；
- b) 电热恒温水浴锅：工作温度为室温~95℃，控温精度±1℃；
- c) 广泛pH试纸；
- d) 烘箱：温度范围为室温~200℃，控温精度为±1℃；
- e) 广口瓶：1000 mL；
- f) 玻璃干燥器：Φ300 mm；
- g) 烧杯：200 mL，1000 mL；
- h) 量筒：100 mL，1000 mL；
- i) 六速旋转黏度计：ZNN-D6型或类似产品；
- j) 离心机：转速0~4000 r/min，配套离心管（容量为10 mL）。

### 8.3 测试程序

### 8.3.1 溶解性

溶解性测试程序按照SY/T 5971执行。

### 8.3.2 pH值

用广泛pH试纸测定。

### 8.3.3 膨胀体积

膨胀体积测试程序按照SY/T 5971执行。

### 8.3.4 配伍性

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，倒入2.0 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为（50-55）V，搅拌5min，倒入烧杯中，依次加入1.5 mL杀菌剂、2.5 mL助排剂以及1 g碳酸钠。将溶液倒入广口瓶中，加盖，置于30℃水浴中恒温4 h，测定体系初始pH值，再加入2.5 mL粘土稳定剂，快速搅拌，静置10min，观察溶液有无分层、絮凝、沉淀现象，测定基液的pH值，放置72 h后再次测定pH值。

## 9 破乳剂

### 9.1 技术指标

破乳剂技术指标应满足表9要求。

表9 破乳剂技术指标

序号	项目	技术指标
1	pH值	6-7
2	破乳率，%	≥95
3	配伍性	与压裂液混配无絮凝、无分层、无沉淀

### 9.2 试剂与仪器

#### 9.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- a) 煤油：应符合 GB 253 规定；
- b) 蒸馏水：三级；
- c) 羟丙基瓜胶：一级品；
- d) 杀菌剂：工业品；
- e) 助排剂：工业品；
- f) 粘土稳定剂：工业品；
- g) 碳酸钠：分析纯；
- h) 过硫酸铵：分析纯；
- i) 交联剂：工业品。

#### 9.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- a) 电子天平：精度为 0.0001 g；
- b) 高速搅拌器：转速 0~12000 r/min；
- c) 电热恒温水浴锅：工作温度为室温~95 ℃，控温精度±1 ℃；
- d) 立式搅拌器：转速 0~4000 r/min；
- e) 混调器：吴茵混调器或同类产品；
- f) 广泛 pH 试纸；
- g) 量筒：50 mL；
- h) 具塞量筒：100 mL。

### 9.3 测试程序

#### 9.3.1 压裂液破胶液配制

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，倒入2.0 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为（50-55）V，搅拌5min，倒入烧杯中，依次加入1.5 mL杀菌剂、2.5 mL粘土稳定剂、2.5 mL助排剂、2.5 mL破乳剂以及1.0 g碳酸钠。用立式搅拌器继续搅拌7min，形成均匀溶液，放入30 ℃水浴中恒温4小时后取出，加入0.2 g过硫酸铵和1.5 mL交联剂，将形成的冻胶放入广口瓶中，并置于65 ℃的电热恒温水浴锅中，当破胶液黏度小于5 mPa·s后取出备用。

#### 9.3.2 pH 值

用广泛pH试纸测定破乳剂的pH值。

#### 9.3.3 破乳率

分别用量筒量取煤油、压裂液破胶液各50 mL混合，放入高速搅拌器中搅拌，调节搅拌速度为5000 rpm。搅拌2min后将液体倒入具塞量筒中，记录实际乳状液的体积 $V$ 。将具塞量筒放入电热恒温水浴锅中，恒温65 ℃，记录24小时分离出的破胶液体积 $V_1$ 。破乳率按照公式（7）计算：

$$r = \frac{V_1}{V} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $r$  ——破乳率，%；  
 $V$  ——用于破乳的破胶液总体积，mL；  
 $V_1$  ——析出的破胶液体积，mL。

#### 9.3.4 配伍性

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，倒入2.0 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为（50-55）V，搅拌5min，倒入烧杯中，依次加入1.5 mL杀菌剂、2.5 mL粘土稳定剂、2.5 mL助排剂以及1.0 g碳酸钠。用立式搅拌器继续搅拌7min，形成均匀溶液，将溶液倒入带盖广口瓶中，置于30 ℃水浴中恒温4 h。取配制好的溶液，加入2.5 mL破乳剂，快速搅拌，静置10min，观察溶液有无絮凝、分层或沉淀现象。

## 10 起泡剂

### 10.1 技术指标

起泡剂技术指标应满足表10要求。

表10 起泡剂技术指标

序号	项目	技术指标	
1	pH值	6-7	
2	表面张力/(mN/m)	≤28	
3	泡沫性能	泡沫体积(0.3%, 50 °C)/mL	≥360
4		泡沫半衰期(0.3%, 50 °C)/min	≥60
5	配伍性	与压裂液混配, 无絮凝、无分层、无沉淀	

## 10.2 试剂与仪器

### 10.2.1 试剂

试剂应符合以下要求:

- a) 杀菌剂: 工业品;
- b) 粘土稳定剂: 工业品;
- c) 助排剂: 工业品;
- d) 碳酸钠: 分析纯;
- e) 蒸馏水: 三级;
- f) 无水氯化钙  $\text{CaCl}_2$ : 分析纯;
- g) 六水合氯化镁  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ : 分析纯;
- h) 氯化钠  $\text{NaCl}$ : 分析纯。

### 10.2.2 仪器

仪器应符合以下要求:

- a) 表面张力仪: K100 或同类产品;
- b) 高速搅拌器: 转速为 0~12000 r/min;
- c) 电子秒表: 精度 0.01s;
- d) 立式搅拌器: 转速 0~4000 r/min;
- e) 电热恒温水浴锅: 工作温度为室温~95 °C, 控温精度±1 °C;
- f) 电子天平: 精度 0.0001 g;
- g) 改进罗氏米尔泡沫测定仪;
- h) 混调器: 吴茵混调器或同类产品;
- i) 广泛 pH 试纸;
- j) 盖片: 直径 15 cm 的滤纸或其它同类产品。

## 10.3 测试程序

### 10.3.1 表面张力

用蒸馏水配制质量分数为0.3%的起泡剂水溶液, 按SY/T 5370中挂片法规定执行。

### 10.3.2 pH 值

用广泛pH试纸测定起泡剂的pH值。

### 10.3.3 泡沫性能

按照Q/SHCG 61完成测试。测试半衰期时，为了防止空气扰动对泡沫性能产生影响，须在改进罗氏米尔泡沫测定仪刻度管顶端加盖片。

### 10.3.4 配伍性

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，倒入2.0 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为50 V-55 V，搅拌5min，倒入烧杯中，依次加入1.5 mL杀菌剂、2.5 mL粘土稳定剂，2.5 mL助排剂以及1.0 g碳酸钠。用立式搅拌器继续搅拌7min，形成均匀溶液，将溶液倒入烧杯中，加盖，置于30 °C水浴中恒温4 h后，再加入2.5 mL起泡剂，快速搅拌，静置10min，观察溶液有无絮凝、分层或沉淀现象。

## 11 胶囊破胶剂

### 11.1 技术指标

胶囊破胶剂技术指标应满足表11求。

表11 胶囊破胶剂技术指标

序号	项目		技术指标
1	粒径分布百分数 (0.425 mm-0.85 mm) /%		≥80
2	有效含量/%		≥70
3	黏度保持率 (60 °C, 170s <sup>-1</sup> , 1 h) /%		≥80
4	破胶性能	破胶时间 (90°C) /min	30-240
5		破胶液表观黏度/(mPa·s)	≤5.0

### 11.2 试剂与仪器

试剂与仪器参照Q/SHCG 97。

### 11.3 测试程序

测试程序按照Q/SHCG 97执行。

## 12 纤维

### 12.1 技术指标

压裂用水不溶纤维技术指标应满足表12。压裂用水溶性纤维技术指标应满足表13。

表12 压裂用水不溶纤维技术要求

序号	项目	技术指标
1	长度/mm	6±0.5
2	分散性	在水、压裂液中分散均匀
3	水溶率 (48 h, 90 °C) /%	≤5
4	降解剂对纤维溶解能力	完全溶解
5	陶粒静态沉降速度降低率/%	≥10

表13 压裂用水溶性纤维技术要求

序号	项目		技术指标		
			60 ℃	90 ℃	120 ℃
1	长度/mm		6±0.5		
2	分散性		在水、压裂液中分散均匀		
3	水溶性	水溶率 (30 min, 30 ℃) /%	≤30		
		水溶率 (48 h) /%	≥95		

## 12.2 试剂与仪器

### 12.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- 羟丙基瓜胶：一级品；
- 粘土稳定剂：工业品；
- 助排剂：工业品；
- 杀菌剂：工业品；
- 有机硼交联剂：工业品；
- 蒸馏水：符合 GB/T 6682 三级水要求；
- 纤维降解剂：工业品；
- 陶粒：0.425 mm-0.85 mm。

### 12.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- 电热恒温水浴锅：工作温度为室温~95 ℃，控温精度±1 ℃；
- 强力搅拌器（配备聚四氟乙烯搅拌杆）：转速为0~4000 rpm；
- 电子天平：精度0.01 g；
- 游标卡尺：精度0.02 mm；
- 电热恒温干燥箱：温度范围为室温~200℃，控温精度为±1℃；
- 吴茵混调器；
- 量筒：100 mL、500 mL；
- 烧杯：500 mL；
- 碘量瓶：250 mL；
- 定量滤纸；
- 秒表：精度±0.01s；
- 密闭承压容器（配备聚四氟乙烯内筒）：500 mL，承压≥10 MPa，耐温 200℃。

## 12.3 测试程序

### 12.3.1 长度

随机抽取试验样品，用游标卡尺测量纤维长度，测量数量至少5根，结果取其算术平均值。

### 12.3.2 分散性

12.3.2.1 水中分散性：在500 mL烧杯中加入300 mL蒸馏水，然后加入1.5 g（精确至0.01g）纤维，采用强力搅拌器以（400±5）r/min搅拌15 s，观察纤维在水中的分散现象。

12.3.2.2 压裂液中分散性:量取300 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中,称取并加入1.2 g(精确至0.01g)羟丙基瓜尔胶,将吴茵混调器调至“低速”档,调节电压为(50-55) V,搅拌5 min,倒入烧杯中静置2 h得到基液。将基液用强力搅拌器以(400±5) r/min转速搅拌,10s内匀速加入1.5 g(精确至0.01g)纤维,继续搅拌15s后,静置,观察纤维在烧杯中的分散现象。

### 12.3.3 水溶率

#### 12.3.3.1 30 min水溶率

量取100 mL蒸馏水于磨口广口瓶中,向其加入1 g(精确至0.01 g)纤维,质量记为M,用磨口塞子密封瓶口后放入30 °C的电热恒温水浴锅中,待样品升温30 °C后开始计时,30 min后取出磨口广口瓶,用烘干至恒重 $m_1$ 的滤纸过滤,过滤完后将过滤物与滤纸一起放入105 °C电热恒温干燥箱烘干至恒重,冷却后称重质量 $m_2$ ,计算出纤维水溶率 $W_{水}$ 。30 min水溶率按照公式(8)计算:

$$W_{水} = \frac{M-(m_2-m_1)}{M} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$W_{水}$ ——水溶率, %;

$M$  ——纤维质量, g;

$m_1$  ——烘干后的滤纸质量, g;

$m_2$  ——烘干后的过滤物和滤纸总质量, g。

#### 12.3.3.2 48 h水溶率

量取300 mL蒸馏水于密闭承压容器中,向其加入3 g(精确至0.01 g)纤维,质量记为 $M_1$ ,搅拌均匀,若实验温度超过100°C则需在密封后用氮气加压至0.7 MPa,放入已升温至实验温度的电热恒温干燥箱中开始计时,48 h后取出密闭承压容器,快速冷却至室温,用烘干至恒重 $m_3$ 的滤纸过滤,过滤完后将过滤物与滤纸一起放入105 °C电热恒温干燥箱烘干至恒重,冷却后称重质量 $m_4$ ,计算水溶率 $W_{水}'$ 。48 h水溶率按照公式(9)计算:

$$W_{水}' = \frac{M_1-(m_4-m_3)}{M_1} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$W_{水}'$  ——48 h水溶率, %;

$M_1$  ——纤维质量, g;

$m_3$  ——烘干后的滤纸质量, g;

$m_4$  ——烘干后的过滤物和滤纸总质量, g。

### 12.3.4 降解剂对纤维溶解能力

在室温条件下,量取300 mL纤维降解剂(纤维生产厂家提供)于烧杯中,向其加入1 g(精确至0.01 g)纤维,采用强力搅拌器(聚四氟乙烯搅拌杆)搅拌均匀后静置2 h,观察纤维溶解现象。

### 12.3.5 陶粒静态沉降速度降低率

12.3.5.1 压裂液配制:量取300 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中,称取并加入1.2 g(精确至0.01 g)羟丙基瓜尔胶,将吴茵混调器调至“低速”档,调节电压为(50-55) V,搅拌5 min,倒入烧杯中静置2 h备用。

12.3.5.2 取两个干燥的 100 mL 量筒，分别记为 1#、2#，向两个量筒中加入陶粒至 10 mL 刻度处。另取一个量筒，分别量取 100 mL 中配制的压裂液加入 2 个烧杯中，并记录为 1#、2#烧杯。

12.3.5.3 称取 17 g（精确至 0.01 g）陶粒加入 1#烧杯中，采用（400±5）r/min 机械搅拌 5 min，使陶粒均匀分布在压裂液中，加入 0.5%交联剂，搅拌均匀后迅速将 1#烧杯中压裂液倒入 1#量筒中，将 1#量筒置于水平台上开始计时，迎光观察量筒，完全不透光部分视为已经沉降的陶粒，1 h 时读出沉降陶粒的体积  $V_1$ 。

12.3.5.4 称取 17 g（精确至 0.01 g）陶粒、0.5 g（精确至 0.01 g）纤维样品加入 2#烧杯中，采用（400±5）r/min 机械搅拌 5min，使陶粒和纤维样品均匀分布在压裂液中，加入 0.5%交联剂，搅拌均匀后迅速将 2#烧杯中压裂液倒入 2#量筒中，将 2#量筒置于水平台上开始计时，迎光观察量筒，完全不透光部分视为已经沉降的陶粒，1 h 时读出沉降陶粒的体积  $V_2$ 。

12.3.5.5 陶粒静态沉降速率降低率按公式（10）计算：

$$\delta = \frac{V_1 - V_2}{V_1 - 10} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

- $\delta$  ——陶粒静态沉降速度降低率，%；  
 $V_1$  ——1#量筒内陶粒沉降体积，mL；  
 $V_2$  ——2#量筒内陶粒沉降体积，mL。

### 13 温度稳定剂

#### 13.1 技术指标

温度稳定剂技术指标应满足表14要求。

表14 温度稳定剂技术指标

序号	项目	指标
1	外观	均匀液体或固体颗粒
2	pH值	≥6
3	耐温温度提高值/℃	≥10

注：温度稳定剂与分公司招标采购的各种单剂及所形成的压裂液体系配伍性好。

#### 13.2 试剂与仪器

##### 13.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- 羟丙基瓜胶：一级品；
- 压裂液用高温交联剂：工业品；
- 碳酸钠：分析纯；
- 粘土稳定剂：工业品；
- 助排剂：工业品；
- 杀菌剂：工业品。

##### 13.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- a) 混调器：吴茵混调器或高速搅拌器；
- b) 电子天平：精度 0.0001 g；
- c) 电热恒温水浴锅：工作温度为室温~95 ℃，控温精度±1 ℃；
- d) 流变仪：MARS 高温高压流变仪或同类设备；
- e) 广泛 pH 试纸。

### 13.3 测试程序

#### 13.3.1 外观

光线充足的条件下目测。

#### 13.3.2 pH 值

用广泛pH试纸进行测定。

#### 13.3.3 耐温温度提高值

量取500 mL蒸馏水倒入吴茵混调器样品杯中，称取并加入2.5 g羟丙基瓜胶，将吴茵混调器调至“低速”档，调节电压为（50-55） V，搅拌5 min，倒入烧杯中，依次加入1.5 mL杀菌剂、2.5 mL粘土稳定剂，2.5 mL助排剂以及1.0 g碳酸钠。用立式搅拌器连续搅拌7 min，形成均匀溶液。将溶液倒入广口瓶中，加盖，置于30 ℃水浴中恒温4 h备用。取上述压裂液基液50 mL，加入0.15 mL交联剂，制成冻胶，用MARS高温高压流变仪对冻胶进行连续剪切，升温速率（3±0.2） ℃，剪切速率170s<sup>-1</sup>，冻胶黏度降到50 mPa·s时所对应的温度即抗温能力T<sub>1</sub>。然后，再取50 mL压裂液基液，加入0.25 mL温度稳定剂和0.15 mL交联剂，制成冻胶，用MARS高温高压流变仪对其进行连续剪切，升温速率（3±0.2） ℃，剪切速率170s<sup>-1</sup>，冻胶黏度降到50 mPa·s时所对应的温度即为抗温能力T<sub>2</sub>。耐温温度提高值按照公式（11）计算：

$$T = T_2 - T_1 \dots\dots\dots (11)$$

式中：

$T$  ——耐温温度提高值，℃；

$T_1$  ——加入温度稳定剂前冻胶黏度降到50 mPa·s时所对应的温度，℃；

$T_2$  ——加入温度稳定剂后冻胶黏度降到50 mPa·s时所对应的温度，℃。

## 14 降阻剂

### 14.1 技术指标

降阻剂技术指标应满足表15要求。

表15 降阻剂技术指标

序号	项目		指标		
			粉剂	“油包水”乳剂	“水包水”乳剂
1	外观		固体粉末，流动性好	均匀乳液，无分层、无沉淀、无絮凝	均匀乳液
2	本体黏度/(mPa·s)		/	≤500	/
3	有效含量/%		/	≥35	≥50
4	溶解时间/s		≤300	≤40	≤40
5	溶液pH值		6~8	6~8	6~8
6	表观黏度(25℃, 170 s <sup>-1</sup> )/(mPa·s)		≥30	≥30	≥12
7	耐温耐剪切能力(110℃, 170 s <sup>-1</sup> , 120 min)/(mPa·s)		≥30	≥30	≥30
8	破胶性能	130℃, 72 h/(mPa·s)	≤4.5	≤4.5	≤4.5
		130℃, 168 h/(mPa·s)	≤3	≤3	≤3
9	残渣含量/(mg/L)		≤50	≤300	≤300
10	室内降阻率/%		≥65	≥65	≥70
11	与酸液配伍性		无絮凝、无沉淀、无分层	无絮凝、无沉淀、无分层	无絮凝、无沉淀、无分层
12	乳化液类型		/	油包水	水包水
注1: 降阻剂类型为聚丙烯酰胺类, 由水溶液聚合法生产;					
注2: 投标商提供的降阻剂须能与交联剂形成冻胶;					
注3: 现场降阻率根据施工参数计算, 胶液现场降阻率≥75%。					

## 14.2 试剂与仪器

### 14.2.1 试剂

试剂应符合以下要求:

- 去离子水: 二级, 符合 GB/T 6682-2008 的要求;
- 过硫酸铵: 分析纯;
- 交联剂: 工业品;
- 氯化钠: 分析纯;
- 氯化钙: 分析纯;
- 氯化镁: 分析纯;
- 氯化铁: 分析纯。

### 14.2.2 仪器

仪器应符合以下要求:

- 六速旋转黏度计: ZNN-D6 型或类似产品;
- 恒温干燥箱: 温度范围为室温~200℃, 控温精度为±1℃;
- 称量瓶: φ: 60 mm × 30 mm;
- 电热恒温水浴锅: 温度范围为室温~95℃, 控温精度±1℃;
- 广泛 pH 试纸;
- 品氏黏度计;
- 密度计: 分度值为 0.001 g/cm<sup>3</sup>;

- h) 温度计：温度范围为（0~100）℃；精度为±1℃；
- i) 高温高压流变仪：MARS 或同类产品；
- j) 抽滤装置：真空度≤-0.09 MPa；
- k) 多功能流动回路仪或同类摩阻检测仪；
- l) 电子天平：精度 0.0001 g；
- m) 电子秒表：精度 0.01s；
- n) 陈化釜：有效容积≥300 mL，耐温 300℃，耐压 10 MPa；
- o) 0.45 μm 滤膜；
- p) DQJ180 型搅拌器或同类产品。

### 14.3 粉剂、“油包水”乳剂测试程序

#### 14.3.1 矿化水制备

于1000 mL烧杯中加入约500 mL去离子水，在400 r/min搅拌条件下，称取0.058 gFeCl<sub>3</sub>搅拌至溶解，然后加入2.25 gCaCl<sub>2</sub>、1.442 gMgCl<sub>2</sub>搅拌至溶解后，加入26.25 gNaCl，待加入的盐完全溶解形成均一液体后，转入1000 mL容量瓶中，并用去离子水冲洗烧杯三次，将冲洗液全部转入该容量瓶中，加去离子水定容至1000 mL，即为30000 mg/L矿化水。矿化水要求现配现用。

#### 14.3.2 外观

采用目测法，观察降阻剂初始及24 h时外观。

#### 14.3.3 本体黏度

采用六速旋转黏度计测量降阻剂100 r/min的表观黏度。

#### 14.3.4 有效含量

使用预先于105℃±2℃下干燥至恒重的称量瓶称取约1 g乳剂试样，精确至0.0002 g，置于电热干燥箱中，在105℃±2℃下干燥至恒重。有效固体含量以质量分数G计，数值以%表示，按式（12）计算：

$$G = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中：

G ——有效固体含量，%

m<sub>3</sub> ——干燥至恒重的试样与称量瓶质量，g；

m<sub>4</sub> ——干燥至恒重的称量瓶质量，g；

m<sub>5</sub> ——干燥前试样的质量，g。

计算结果保留到小数点后两位。

#### 14.3.5 溶解时间

量取14.3.1矿化水500 mL倒入烧杯中，矿化水温度恒定在25℃±1℃，调整转速为（400±5）r/min对矿化水进行搅拌，将降阻剂样品按规定量（粉剂：2.5 g，乳剂：7.5 mL）加入烧杯中，样品加入完毕开始计时，观察烧杯中降阻剂在规定时间内（粉剂：300s，乳剂：40s）的溶解情况。

#### 14.3.6 溶液 pH 值

用广泛pH试纸测定14.3.5配制的降阻水pH值。

#### 14.3.7 表观黏度

用六速旋转黏度计测量14.3.5制备的降阻水100 r/min的表观黏度。

#### 14.3.8 耐温耐剪切能力

量取14.3.5配制的降阻水50 mL于烧杯中，加入0.4%的有机锆交联剂，装入MARS高温高压流变仪或同类设备样品杯中，氮气加压至0.7 MPa，测试其在110 °C、170s<sup>-1</sup>恒定剪切速率下剪切120min的黏度。

#### 14.3.9 破胶性能

按14.3.5配制方法配制降阻水，各取300 mL装入1号和2号陈化釜中，分别加入0.06 g过硫酸铵，同时加入有机锆交联剂，搅拌均匀，氮气瓶加压0.7 MPa后，置于130 °C的烘箱中，1号陈化釜静置72 h，2号陈化釜静置168 h，冷却至室温，完全泄压，即为胶液破胶液，用六速旋转黏度计测量其100 r/min下黏度。

#### 14.3.10 残渣含量

14.3.10.1 量取 300 mL 去离子水倒入烧杯中，温度恒定为 25 °C±1 °C，在 400±5 r/min 搅拌转速下，将规定量降阻剂样品（粉剂：0.06 g，乳剂：0.12 mL）加入烧杯中，加入 0.06 g 破胶剂，搅拌均匀转入陈化釜中，氮气瓶加压 0.7 MPa 后，置于 130 °C 的烘箱中，陈化釜静置 72 h，冷却至室温，完全泄压后取出破胶液备用。

14.3.10.2 用去离子水清洗 0.45 μm 滤膜，洗净后，放入洁净的称量瓶中，在 105 °C±2 °C 恒温干燥箱中烘至恒重（称量瓶自烘箱中取出后，应放入干燥器中冷却 30min 后称量），记录称量瓶与滤膜的总质量，精确至 0.0001 g，记为 W<sub>1</sub>。

14.3.10.3 将滤膜装入滤膜夹持器中并与滤筒连接。将上述破胶液搅拌均匀后用量筒量取 50 mL 倒入滤筒抽滤，用去离子水冲洗量筒及滤筒内壁后将冲洗水继续过滤。

14.3.10.4 从夹持器中取出滤膜，放入称量瓶中，在 105 °C±2 °C 恒温干燥箱中烘至恒重（称量瓶自烘箱中取出后，应放入干燥器中冷却 30min 后称量），精确至 0.0001 g，记为 W<sub>2</sub>。

14.3.10.5 残渣含量按照公式（13）计算，两次平行测定结果之差不大于 5%，结果取其算术平均值。

$$\omega = \frac{W_2 - W_1}{50} \times 10^6 \dots\dots\dots (13)$$

式中：

ω ——残渣含量，mg/L；

W<sub>1</sub> ——（滤膜+称量瓶）质量，g；

W<sub>2</sub> ——（滤膜+不溶物+称量瓶）质量，g。

#### 14.3.11 室内降阻率

14.3.11.1 将降阻剂（粉剂：0.12%，乳剂：0.3%）溶于 14.3.1 矿化水配制成降阻水备用。

14.3.11.2 向管路摩阻测试仪（参考管道摩阻仪内径 15.8 mm，排量 90 L/min±3 L/min）的储液罐中加入测试所需量的清水，启动循环，缓慢调节动力泵的转速，使整个测试管路充满测试液体。按设定调节排量，读取 4000 s<sup>-1</sup>剪切速率下的清水摩阻，记录数据 N<sub>1</sub>。

14.3.11.3 清洗设备管线，使整个测试管路充满降阻水，按设定调节排量，读取 4000 s<sup>-1</sup>剪切速率下的降阻水摩阻，记录数据 N<sub>2</sub>。

14.3.11.4 降阻率按照公式（14）计算：

$$DR = \frac{N_1 - N_2}{N_1} \times 1.12 \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中:

DR ——室内降阻水对清水的降阻率, %;

$N_1$  ——清水流经管路时的摩阻, kPa/m;

$N_2$  ——降阻水流经管路时的摩阻, kPa/m;

1.12 ——降阻率修正系数。

#### 14.3.12 与酸液配伍性

量取100 mL 14.3.5配制的降阻水和100 mL 20%盐酸混合均匀, 在25 °C条件下放置2 h, 观察混合液是否有分层、絮凝或沉淀现象。

### 14.4 “水包水”乳剂测试程序

#### 14.4.1 矿化水制备

于1000 mL烧杯中加入约500 mL去离子水, 在400 r/min搅拌条件下, 按模拟盐水配方称取NaCl、KCl、CaCl<sub>2</sub>、MgCl<sub>2</sub>加入烧杯中, 搅拌溶解后, 待加入的盐完全溶解形成均一液体后, 转入1000 mL容量瓶中, 并用蒸馏水冲洗烧杯三次, 将冲洗液全部转入该容量瓶中, 加蒸馏水定容至1000 mL, 即为指定矿化度的模拟盐水, 备用。

25000矿化度模拟盐水配方: 2%氯化钠+0.2%氯化钾+0.2%氯化钙+0.1%氯化镁。

#### 14.4.2 外观

量取100 mL降阻剂样品放到比色管中, 目测外观。

#### 14.4.3 有效含量

取一个洁净的10 mL离心管, 称重记为 $m_0$ ; 将10 mL降阻剂样品加入离心管中, 称重记为 $m_1$ ; 将离心管放入离心机中, 设置转速和时间分别为2000 r/min和40 min, 离心完成后, 将离心管上部的液体倒出, 离心管中的剩余固体和离心管称重记为 $m_2$ 。有效含量按公式(15)计算:

$$\mu = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中:

$\mu$  ——有效含量, %;

$m_0$  ——离心管重量, g;

$m_1$  ——离心管和降阻剂的总重量, g;

$m_2$  ——离心管和离心后的固体总重量, g。

#### 14.4.4 溶解时间

量取14.4.1矿化水500 mL装入烧杯中, 矿化水温度恒定在(25±1) °C, 调整转速为(600±5) r/min对矿化水进行搅拌, 将0.75 mL的降阻剂样品、迅速加入烧杯中, 样品加入完毕开始计时, 用玻棒蘸取烧杯中液体记录能够挑丝的时间, 即为降阻剂的溶解时间。

#### 14.4.5 溶液 pH 值

用广泛pH试纸测定14.4.4配制的降阻水pH值。

#### 14.4.6 表观黏度

量取14.4.1矿化水500 mL装入烧杯中，温度恒定在 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，调整转速为 $(600 \pm 5)$  r/min对矿化水进行搅拌，将0.75 mL降阻剂样品迅速加入烧杯中，样品加入完毕开始计时，搅拌2 min，静置3 min后用六速旋转粘度计测量样品在100 r/min的表观黏度

#### 14.4.7 耐温耐剪切性能

取1.4 mL降阻剂按14.4.6方法配制基液200 mL，加入0.6 mL交联剂搅拌均匀，量取50 mL装入MARS高温高压流变仪或同类设备样品杯中，氮气加压至0.7 MPa，测试其在 $110^{\circ}\text{C}$ 、 $170\text{s}^{-1}$ 恒定剪切速率下剪切120min的黏度。

#### 14.4.8 破胶性能

取4.2mL降阻剂按14.4.6配制基液600 mL，加入0.600 g破胶剂，搅拌1 min，加入1.8 mL交联剂，搅拌2 min，各取300 mL装入1号和2号陈化釜中，氮气瓶加压0.7 MPa后，置于 $130^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中，1号陈化釜静置72 h，2号陈化釜静置168 h，冷却至室温，完全泄压，即为胶液破胶液，用六速旋转粘度计测量其100 r/min下黏度。

#### 14.4.9 残渣含量

取0.1 mL降阻剂按14.4.6配制基液100 mL(记为 $V_0$ )，加入0.010 g破胶剂，搅拌1 min，放入 $90^{\circ}\text{C}$ 的水浴锅中制备破胶液。将破胶液全部移入已烘干恒重质量为 $m_0$ 的离心管中，将离心管在 $(3000 \pm 150)$  r/min转速下离心40 min，然后慢慢倾倒出上层清液。用100mL蒸馏水洗涤装过降阻水容器后倒入离心管中，再放入离心机，在 $(3000 \pm 150)$  r/min转速下离心40 min，倾倒上层清液。将离心管放入恒温电热干燥箱中烘烤，在温度 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的条件下静置24小时，其值为 $m_1$ 。残渣含量按下述公式计算：

$$C = \frac{m_1 - m_0}{V_0} \times 10^6 \dots\dots\dots (16)$$

式中：

$C$  ——压裂液残渣含量，mg/L；

$m_0$  ——离心管质量，g；

$m_1$  ——离心管质量+残渣质量，g；

$V_0$  ——压裂液用量，mL。

#### 14.4.10 室内降阻率

液体配方（体积百分数）：0.1%降阻剂+99.9%清水，配制40 L。测试方法、计算按照14.3.11执行。

#### 14.4.11 与酸液配伍性

量取100 mL14.4.5配制的降阻水和100 mL20%盐酸混合均匀，在 $25^{\circ}\text{C}$ 条件下放置2 h，观察混合液是否有分层、絮凝或沉淀现象。

#### 14.4.12 液相水溶解性

14.4.12.1 液相提取：取两支50 mL离心管，各加入45 mL降阻剂，放置于离心机中，在4000 r/min条件下离心1h，取上层清液备用。

14.4.12.2 液相真空抽滤：(1)将抽滤瓶、布氏漏斗和真空抽滤泵依次连接，折叠两张定量滤纸放于布氏漏斗内；(2)用少量水湿润滤纸，使滤纸和布氏漏斗充分贴合，将上层清液倒入布氏漏斗内，打开真空抽滤泵抽滤至布氏漏斗中液体无残留。

14.4.12.3 液相水溶性判定：量取 15 g 蒸馏水放置于 25 mL 比色管中，用移液管移取抽滤瓶中的液相 10g (重量计为  $m_0$ ) 加入到比色管中，盖上管塞后手动上下摇晃 30 次，静置 30 min 观察是否有分层、乳化现象。

## 15 聚合物压裂液用有机锆交联剂

### 15.1 技术指标

聚合物压裂液用有机锆交联剂技术指标应满足表16要求。

表16 聚合物压裂液用有机锆交联剂技术要求

序号	项目		指标
1	外观		均匀液体
2	pH值		6~7
3	交联时间/s		15~300
4	挑挂性能		可挑挂
5	耐温耐剪切性能 (110 °C, 170 s <sup>-1</sup> , 120min) / (mPa·s)		≥30
6	破胶性能	130 °C, 72 h / (mPa·s)	≤4.5
		130 °C, 168 h / (mPa·s)	≤3
7	有机锆含量/%		≥10
注1：招标时，“有机锆含量”由投标商提供具有权威资质的第三方检测机构对标的物出具的检测报告。			
注2：招标后进行标的物出入库检测时，“有机锆含量”由甲方进行不定期抽检。			

### 15.2 试剂与仪器

#### 15.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- 去离子水：二级，符合 GB/T 6682-2008 的要求；
- 降阻剂：工业品；
- 过硫酸铵：分析纯；
- 氯化钠：分析纯；
- 氯化钙：分析纯；
- 氯化镁：分析纯；
- 氯化铁：分析纯。

#### 15.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- 恒温干燥箱：温度范围为室温~200 °C，控温精度为±1 °C；
- 电热恒温水浴锅：温度范围为室温~95 °C，控温精度±1 °C；
- 广泛 pH 试纸；

- d) 温度计：温度范围为 0~100 °C；精度为±1 °C；
- e) 高温高压流变仪：MARS 或同类产品；
- f) 电子天平：精度 0.0001 g；
- g) 陈化釜：有效容积≥300 mL，耐高温 300 °C，耐压 10 MPa。

### 15.3 测试程序

#### 15.3.1 矿化水制备

同14.3.1。

#### 15.3.2 基液制备

量取15.3.1矿化水500 mL装入烧杯中，矿化水温度恒定在25 °C±1 °C，调整转速为400 r/min±5 r/min对矿化水进行搅拌，将规定量满足表14的降阻剂样品（粉剂：2.5 g，乳剂：7.5 mL）加入烧杯中，待液体中无颗粒、无白点时停止搅拌，在25 °C条件下静置1 h，备用。

#### 15.3.3 外观

量取100 mL交联剂样品放置于比色管中，观察有无分层、沉淀现象。

#### 15.3.4 pH 值

用广泛pH试纸测定。

#### 15.3.5 交联时间、挑挂性能

量取15.3.2配制的基液100 mL于烧杯中，加入0.4%交联剂，置于50 °C±1 °C水浴中用玻璃棒搅拌，从开始搅拌到形成可以用玻璃棒完全挑挂的冻胶时间为交联时间，同时判断其挑挂性能。

#### 15.3.6 耐高温耐剪切性能

量取15.3.2配制的基液50 mL于烧杯中，加入0.4%的交联剂，装入MARS高温高压流变仪或同类设备样品杯中，氮气加压至0.7 MPa，测试其在110 °C、170s<sup>-1</sup>恒定剪切速率下剪切120 min的黏度。

#### 15.3.7 破胶性能

按15.3.2配制方法配制基液，各取300 mL装入1号和2号陈化釜中，分别加入0.06 g过硫酸铵，同时加入0.4%的交联剂，搅拌均匀，氮气瓶加压0.7 MPa后，置于130 °C的烘箱中，1号陈化釜静置72 h，2号陈化釜静置168 h，冷却至室温，完全泄压，即为胶液破胶液，用六速旋转黏度计测量其100 r/min表观黏度。

#### 15.3.8 有机锆含量

通过红外光谱法、核磁共振波谱法、X射线荧光光谱法及电感耦合等离子体发射光谱法等一种或多种微观分析方法确认样品为有机锆类型交联剂并确定其有效含量。

## 16 胍胶压裂液

### 16.1 技术指标

胍胶压裂液技术指标应满足表17要求。

表17 胍胶压裂液技术指标

序号	项目		指标
1	基液表观黏度 (25 ℃、 170s <sup>-1</sup> ) / (mPa·s)	30 ℃ ≤ t ≤ 60 ℃	21~27
		60 ℃ < t ≤ 80 ℃	30~48
		80 ℃ < t ≤ 120 ℃	45~51
		120 ℃ < t ≤ 140 ℃	51~81
		140 ℃ < t ≤ 180 ℃	60~120
2	基液pH值	30 ℃ ≤ t ≤ 60 ℃	≤8.5
		60 ℃ < t ≤ 80 ℃	≤9.5
		80 ℃ < t ≤ 120 ℃	≤10
		120 ℃ < t ≤ 140 ℃	≤11
		140 ℃ < t ≤ 180 ℃	≤12
3	交联时间/s	30 ℃ ≤ t ≤ 60 ℃	≤30
		60 ℃ < t ≤ 80 ℃	60~120
		80 ℃ < t ≤ 120 ℃	90~210
		120 ℃ < t ≤ 140 ℃	90~210
		140 ℃ < t ≤ 180 ℃	90~210
4	耐温耐剪切能力/(mPa·s)	30 ℃ ≤ t ≤ 60 ℃ (170 s <sup>-1</sup> , 90min)	≥80
		60 ℃ < t ≤ 80 ℃ (170 s <sup>-1</sup> , 90min)	≥80
		80 ℃ < t ≤ 120 ℃ (170 s <sup>-1</sup> , 90min)	≥80
		120 ℃ < t ≤ 140 ℃ (170 s <sup>-1</sup> , 120min)	≥50
		140 ℃ < t ≤ 180 ℃ (170 s <sup>-1</sup> , 120min)	≥50
5	破胶性能	破胶液表观黏度/(mPa·s)	≤5
		破胶液表面张力/(mN/m)	≤28
		破胶液与煤油界面张力/(mN/m)	≤2
		防膨率/%	≥70
6	残渣含量/(mg/L)	30 ℃ ≤ t ≤ 60 ℃	≤300
		60 ℃ < t ≤ 80 ℃	≤400
		80 ℃ < t ≤ 120 ℃	≤500
		120 ℃ < t ≤ 140 ℃	≤500
		140 ℃ < t ≤ 180 ℃	≤500
7	破乳率/%		≥95
8	压裂液与地层水配伍性		无絮凝、无分层、无沉淀

## 16.2 试剂与仪器

参照SY/T 5107。

## 16.3 测试程序

按照SY/T 5107规定执行。

## 17 聚合物压裂液

### 17.1 技术指标

聚合物压裂液技术指标应满足表18-表19要求。

表18 页岩气聚合物压裂液技术指标

序号	项目		技术指标				
			低粘降阻水	中粘降阻水	高粘降阻水	线性胶	胶液
1	基液表观黏度 (25 °C, 100 r/min) /(mPa·s)		$1.5 \leq \eta < 6$	$6 \leq \eta \leq 9$	$9 < \eta \leq 15$	$15 < \eta \leq 27$	$39 < \eta \leq 51$
2	耐温耐剪切能力 (110 °C, $170s^{-1}$ , 剪切120min)/(mPa·s)		-	-	-	-	$\geq 30$
3	破胶液黏度 /(mPa·s)	130 °C, 72 h	$\leq 1.5$	$\leq 3$	$\leq 3$	$\leq 4.5$	$\leq 4.5$
		130 °C, 168 h	-	-	-	$\leq 3$	$\leq 3$
4	表面张力/(mN/m)		$\leq 28$	$\leq 28$	$\leq 28$	$\leq 28$	$\leq 30$
5	残渣含量/(mg/L)		$\leq 150$	/	/	/	/
6	室内降阻率/%		$\geq 65$	/	/	/	/
7	配伍性 (25 °C)	降阻水、线性胶、胶液 与酸液	降阻水、线性胶、胶液与酸液混合后无絮凝、无沉淀、无分层				

注1: 页岩气聚合物压裂液降阻剂、稠化剂为聚丙烯酰胺类, 由水溶液聚合法生产;  
注2: 投标商提供的降阻剂须与满足表16的交联剂在50 °C±1 °C下形成冻胶;  
注3: 现场降阻率根据施工参数计算, 胶液现场降阻率 $\geq 75\%$ 。

表19 川西陆相聚合物压裂液技术指标

序号	项目		技术指标				
			低粘降阻水	中粘降阻水	高粘降阻水	线性胶	胶液
1	基液表观黏度 (25 °C, 100 r/min) /(mPa·s)		$1.5 \leq \eta < 6$	$6 \leq \eta \leq 9$	$9 < \eta \leq 15$	$15 < \eta \leq 27$	$39 < \eta \leq 51$
2	耐温耐剪切能力 (110 °C, $170s^{-1}$ , 剪切120min)/(mPa·s)		-	-	-	-	$\geq 30$
3	破胶液黏度 (储层温度, 2 h)/(mPa·s)		$\leq 1.5$	$\leq 3$	$\leq 4.5$	$\leq 4.5$	$\leq 4.5$
4	表面张力/(mN/m)		$\leq 28$	$\leq 28$	$\leq 28$	$\leq 28$	$\leq 30$
5	防膨率/%		$\geq 60$	$\geq 60$	$\geq 60$	$\geq 60$	$\geq 60$
6	残渣含量/(mg/L)		$\leq 150$	/	/	/	/
7	室内降阻率/%		$\geq 65$	/	/	/	/
8	配伍性 (25 °C)	降阻水、线性胶、胶液 与酸液	降阻水、线性胶、胶液与酸液混合后无絮凝、无沉淀、无分层				

注1: 川西陆相聚合物压裂液降阻剂、稠化剂为聚丙烯酰胺类, 由水溶液聚合法生产;  
注2: 投标商提供的降阻剂须与满足表16的交联剂在50 °C±1 °C下形成冻胶;  
注3: 现场降阻率根据施工参数计算, 胶液现场降阻率 $\geq 75\%$ 。

## 17.2 试剂与仪器

### 17.2.1 试剂

试剂应符合以下要求：

- a) 去离子水：二级，符合 GB/T 6682-2008 的要求；
- b) 过硫酸铵：分析纯；
- c) 交联剂：工业品；
- d) 助排剂：工业品；
- e) 粘土稳定剂：工业品；
- f) 钠膨润土：工业品。

### 17.2.2 仪器

仪器应符合以下要求：

- a) 六速旋转黏度计：ZNN-D6 型或类似产品；
- b) 电热恒温水浴锅：工作温度为室温~95 °C，控温精度±1 °C；
- c) 高温高压流变仪：MARS 或同类产品；
- d) 表面张力仪：K100C 或同类产品；
- e) 毛细管黏度计：品式毛细管黏度计；
- f) 多功能流动回路仪测试程序或同类产品；
- g) 电子天平：精度 0.0001 g；
- h) 温度计：工作温度为 0~100 °C；精度为±1 °C；
- i) 电子秒表：精度 0.01s；
- j) 混调器：吴茵混调器或同类产品；
- k) 0.45 μm 滤膜；
- l) 烘箱：温度范围为室温~200 °C，控温精度为±1 °C；
- m) 陈化釜：300 mL；
- n) 抽滤装置：真空度≤-0.09 MPa；
- o) 量筒：50 mL，500 mL。

### 17.3 测试程序

#### 17.3.1 基液表观黏度

将烧杯中装入500 mL去离子水，水温调整恒定在(25±1) °C，调整转速为(400±5) r/min对去离子水进行搅拌，在1 min内缓慢而均匀地将表20规定量的降阻剂加入烧杯中，观察烧杯中降阻剂溶解情况，直至液体中无颗粒、无白点停止搅拌，在25 °C条件下静置1 h，用六速旋转黏度计测量其在100 r/min下的表观黏度。

表20 配制聚合物压裂液基液的降阻剂浓度

压裂液类型	低粘降阻水	中粘降阻水	高粘降阻水	线性胶	胶液
粉剂/%	0.03	0.04	0.06	0.12	0.25
乳剂/%	0.06	0.08	0.12	0.25	0.50

#### 17.3.2 耐温耐剪切能力

量取17.3.1配制的胶液基液50 mL于烧杯中，加入0.4%的交联剂，装入MARS高温高压流变仪或同类设备样品杯中，氮气加压至0.7 MPa，测试其在110 °C、170s<sup>-1</sup>恒定剪切速率下剪切120 min的黏度。

### 17.3.3 破胶液粘度

#### 17.3.3.1 页岩气聚合物压裂液破胶液粘度

17.3.3.1.1 依次量取 17.3.1 配制的低粘、中粘、高粘基液各 300 mL 装入陈化釜中，分别加入 0 g、0.0015 g、0.0030 g 过硫酸铵，用玻璃棒充分搅拌 1 min，用氮气瓶加压 0.7 MPa 后，置于 130 °C 的烘箱中，静置 72 h，冷却至室温，完全泄压，待液体温度降至 25 °C，用六速旋转粘度计测定破胶液粘度。

17.3.3.1.2 量取 17.3.1 的线性胶各 300 mL 分别装入 1 号和 2 号陈化釜中，均加入 0.015 g 破胶剂，搅拌 1min，用氮气瓶加压 0.7 MPa 后，置于 130 °C 的烘箱中，1 号陈化釜静置 72 h，2 号陈化釜静置 168 h，冷却至室温，完全泄压，待液体温度降至 25 °C，用六速旋转粘度计测定破胶液粘度。

17.3.3.1.3 量取按 17.3.1 的胶液基液各 300 mL 分别装入 1 号和 2 号陈化釜中，均加入 0.06 g 破胶剂，同时加入交联剂或同类产品，搅拌 1min，用氮气瓶加压 0.7 MPa 后，置于 130 °C 的烘箱中，1 号陈化釜静置 72 h，2 号陈化釜静置 168 h，冷却至室温，完全泄压，待液体温度降至 25 °C，用六速旋转粘度计测定破胶液粘度。

#### 17.3.3.2 川西陆相聚合物压裂液破胶液粘度

17.3.3.2.1 蓬莱镇组：依次量取按 17.3.1 配制的低粘降阻水、中粘降阻水、高粘降阻水、线性胶及胶液各 300 mL 倒入 5 个烧杯中，分别加入厂家提供的 0.1%粘土稳定剂、0.1%助排剂，搅拌均匀后装入广口瓶中，分别加入 0.09 g 过硫酸铵+0.18 mL 低温激活剂、0.15 g 过硫酸铵+0.3 mL 低温激活剂、0.21 g 过硫酸铵+0.39 mL 低温激活剂、0.36 g 过硫酸铵+0.72 mL 低温激活剂、0.6 g 过硫酸铵+1.2 mL 低温激活剂，用玻璃棒充分搅拌，将样品置于 38 °C 水浴锅中，破胶 2 h，待液体温度降至 25 °C，用六速旋转粘度计测定破胶液粘度。

17.3.3.2.2 其它储层：依次量取按 17.3.1 配制的低粘降阻水、中粘降阻水、高粘降阻水、线性胶及胶液各 300 mL 倒入 5 个烧杯中，分别加入厂家提供的 0.1%粘土稳定剂、0.1%助排剂，搅拌均匀后装入广口瓶中，分别加入 0.09 g 过硫酸铵、0.15 g 过硫酸铵、0.21 g 过硫酸铵、0.36 g 过硫酸铵、0.6 g 过硫酸铵，用玻璃棒充分搅拌，将样品置于储层温度水浴锅中，破胶 2 h，待液体温度降至 25 °C，用六速旋转粘度计测定破胶液粘度。

### 17.3.4 破胶液表面张力测定

按SY/T 5370中的挂片法检测17.3.3中破胶液表面张力。

### 17.3.5 破胶液防膨率测定

准备三支10 mL离心管，分别加入10 mL17.3.3.2制备的破胶液、蒸馏水、煤油，分别称取0.50 g 钠膨润土，精确至0.01 g，充分摇匀，在室温下放置2 h，装入离心机内，转速为1500 r/min下离心分离15 min，读出钠膨润土在破胶液膨胀后的体积V<sub>1</sub>，在蒸馏水中膨胀体积V<sub>2</sub>，在煤油中膨胀体积V<sub>0</sub>。防膨率按公式（17）计算，两次平行测定结果之差不大于5%，结果取其算术平均值。

$$B_1 = \frac{V_2 - V_1}{V_2 - V_0} \times 100\% \dots\dots\dots (17)$$

式中：

B<sub>1</sub>——防膨率，%；

V<sub>1</sub>——钠膨润土在破胶液中的膨胀体积，mL；

V<sub>2</sub>——钠膨润土在蒸馏水中的膨胀体积，mL；

V<sub>0</sub>——钠膨润土在煤油中的膨胀体积，mL。

注：考虑离心后离心管的钠膨润土上端面是倾斜的，取倾斜面的最大值和最小值的平均值作为钠膨润土膨胀后的体积。

### 17.3.6 残渣含量测定

按照14.3.10方法，检测17.3.3中低粘降阻水破胶液残渣含量。

### 17.3.7 降阻率测定

按照17.3.1配制低粘降阻水，降阻率测定方法按照14.3.11执行。

### 17.3.8 配伍性

在25℃条件下，分别量取100 mL降阻水、线性胶、胶液和酸液混合均匀，观察混合液是否有分层、絮凝或沉淀现象。

## 18 支撑剂

### 18.1 技术指标

石英砂、覆膜石英砂及陶粒技术指标应满足表21-表26技术要求。

表21 石英砂理化性能技术指标

项目		指标
粒径	上下限规格内的样品质量百分数/%	≥90
	大于顶筛规格的样品质量百分数/%	≤0.1
	留在系列底筛规格上的样品质量百分数/%	≤1
圆度		≥0.7
球度		≥0.7
酸溶解度/%		≤7.0
浊度/FTU		≤150
体积密度/(g/cm <sup>3</sup> )		实测值
视密度/(g/cm <sup>3</sup> )		实测值

表22 压裂用石英砂支撑剂破碎率技术要求

粒径规格 <sup>a</sup> /μm	闭合压力/MPa	破碎率/%
1180~850 (16~20) 目	21	≤9
1180~600 (16~30) 目	17	≤8
850~425 (20~40) 目	35	≤9
	28	≤9
	24	≤9
600~300 (30~50) 目	35	≤9
425~250 (40~60) 目	30	≤9
425~212 (40~70) 目	28	≤9
212~106 (70~140) 目 150~75 (100~200) 目	35	≤9
	30	≤9
	28	≤9

<sup>a</sup> (150~75) 筛组组合从上到下为：180 μm, 150 μm, 125 μm, 106 μm, 75 μm, 60 μm, 底盘。

表23 覆膜石英砂技术指标

项目		技术要求
筛析	大于顶筛孔径的样品质量百分比/%	$\leq 0.1$
	落在粒径规格内的样品质量百分比/%	$\geq 95.0$
	落在系列底筛上的样品质量百分比/%	$\leq 1.0$
圆度		$\geq 0.7$
球度		$\geq 0.7$
浊度/FTU		$\leq 100$
密度	体积密度/(g/cm <sup>3</sup> )	$\leq 1.50$
	视密度/(g/cm <sup>3</sup> )	$\leq 2.55$
破碎率(52 MPa、69 MPa、86 MPa)/%		$\leq 3$
酸溶解度/%		$\leq 5.0$
灼烧损耗/%		$\leq 5$
灼烧后破碎率/%		$\leq 6$

表24 陶粒支撑剂密度分类

体积密度/(g/cm <sup>3</sup> )	超低密度	$\leq 1.40$
	低密度	$1.40 < \rho \leq 1.65$
	中密度	$1.65 < \rho \leq 1.80$
	高密度	$> 1.80$
视密度/(g/cm <sup>3</sup> )	超低密度	$\leq 2.65$
	低密度	$2.65 < \rho \leq 3.00$
	中密度	$3.00 < \rho \leq 3.35$
	高密度	$> 3.35$

表25 陶粒理化性能技术指标

项目		指标
粒径	上下限规格内的样品质量百分数/%	$\geq 90$
	大于顶筛规格的样品质量百分数/%	$\leq 0.1$
	留在系列底筛规格上的样品质量百分数/%	$\leq 1$
球度		$\geq 0.8$
圆度		$\geq 0.8$
酸溶解度/%		$\leq 7.0$
浊度/FTU		$\leq 100$
体积密度/(g/cm <sup>3</sup> )		按表 24 判定
视密度/(g/cm <sup>3</sup> )		按表 24 判定

表26 陶粒支撑剂抗破碎测试压力及指标

粒径规格 <sup>a</sup> /μm	体积密度 / 视密度/(g/cm <sup>3</sup> )	闭合压力/(MPa)	破碎室受力/(kN)	破碎率/%
3350~1700 (6/12 目) 2360~1180 (8/16 目)	—	28	57	≤9
		35	71	≤9
		52	105	≤9
1700~1000 (12/18 目) 1700~850 (12/20 目) 1180~850 (16/20 目)	—	28	57	≤7
		35	71	≤8
		52	105	≤9
		69	140	≤9
1180~600 (16/30 目)	—	35	71	≤5
		52	105	≤7
		69	140	≤9
850~425 (20/40 目) 600~300 (30/50 目)	超低密度陶粒	52	105	≤9
		69	140	≤9
		86	173	≤9
	低密度陶粒	52	105	≤7
		69	140	≤9
		86	173	≤9
		103	208	≤9
	中密度陶粒	52	105	≤5
		69	140	≤7
		86	174	≤9
		103	208	≤9
	高密度陶粒	52	105	≤5
		69	140	≤7
		86	174	≤9
		103	208	≤9
	425~250 (40/60 目) 425~212 (40/70 目) 300~150 (50/100 目) 212~106 (70/140 目) 150~75 (100/200 目)	超低密度陶粒	52	105
69			140	≤9
86			173	≤9
低密度陶粒 中密度陶粒 高密度陶粒		52	105	≤7
		69	140	≤9
		86	174	≤9
		103	208	≤9
		103	208	≤9

<sup>a</sup>(150~75) μm 筛组组合从上到下为: 180 μm, 150 μm, 125 μm, 106 μm, 90 μm, 75 μm, 60 μm, 底盘。

## 18.2 试剂与仪器

石英砂测试用试剂与仪器参照Q/SHCG 42。

覆膜石英砂测试用试剂与仪器参照Q/SHCG 153。

陶粒测试用试剂与仪器参照Q/SHCG 68。

### 18.3 测试程序

石英砂测试程序按照Q/SHCG 42执行。

覆膜石英砂测试程序按照Q/SHCG 153执行。

陶粒测试测试程序按照Q/SHCG 68执行。

## 19 暂堵剂

### 19.1 技术指标

水溶性聚合物类暂堵剂技术要求应符合表27的规定。

降解性聚合物类暂堵剂技术要求应符合表28的规定。

水溶性聚合物类暂堵球技术要求应符合表29的规定。

表27 水溶性聚合物类暂堵剂技术要求

序号	项目		指标
1	外观		自由流动粉末或颗粒
2	筛余量（100目~4目）/%		≥95
3	密度/(g/cm <sup>3</sup> )		1.05~1.35
4	水溶性	30℃、30min水溶率/%	≤10
		48 h水溶率 <sup>a</sup> /%	≥90
5	室内暂堵能力 <sup>a</sup>	暂堵净压力上涨/MPa	≥5
		暂堵承压能力/MPa	≥10

<sup>a</sup>暂堵剂“48 h水溶率”、“48 h酸溶率”、“暂堵能力”室内评价温度根据储层温度选择，包括：40℃、60℃

表28 降解性聚合物类暂堵剂技术要求

序号	项目		指标
1	外观		自由流动粉末或颗粒
2	筛余量（100目~4目）/%		≥95
3	密度/(g/cm <sup>3</sup> )		1.1~1.7
4	水溶性	30℃、30min水溶率/%	≤10
5	150℃、48 h降解性	降解后黏度/(mPa·s)	≤6
		残渣含量/%	≤5
6	室内暂堵能力 <sup>b</sup>	暂堵净压力上涨/MPa	≥5
		暂堵承压能力/MPa	≥10

<sup>b</sup>暂堵剂“暂堵能力”室内评价温度根据储层情况选择，包括：100℃、120℃。

表29 水溶解性聚合物类暂堵球技术指标

序号	检测项目	技术指标
1	直径/mm	9~25
2	暂堵球密度/(g/cm <sup>3</sup> )	1.0~1.7
3	耐压差能力/MPa	≥40
4	承压时间/h	≥3
5	4天溶解率/%	≥95

注：具体尺寸以现场实际需求为准，直径精度要求±0.1 mm。

## 19.2 试剂与仪器

试剂与仪器参考Q/SHCG 152。

## 19.3 测试程序

测试程序参照Q/SHCG 152执行。其中残渣含量按下式计算：

$$c = \frac{m_8 - m_7}{m_6} \times 100 \dots\dots\dots (18)$$

式中：

$C$  ——残渣含量，%；

$m_6$  ——暂堵剂质量，g；

$m_7$  ——滤纸质量，g；

$m_8$  ——降解后暂堵剂和滤纸质量，g。

## 20 检验规则

### 20.1 组批与抽样

20.1.1 按批检验，凡同一生产厂名、同一产品名称、同一规格、同一商标及批号，并且有同样质量合格证的产品为一批。

20.1.2 按 GB/T 6678 的规定确定抽样数量（固体按 GB/T 6679 的规定确定抽样数量，液体按 GB/T 6678 的规定确定抽样数量），按 GB/T 6680 的规定进行抽样，抽样总量不得少于 1000 mL（固体 1000 g）。

20.1.3 将采取的样品充分混合后，等量分装于两个清洁、干燥的包装容器中，密封并贴上标签。标签上应注明样品名称、样品型号、生产单位、生产日期、采样日期、采样地点和采样人。一瓶作质量检验，另一瓶留作复检，留样期为三个月（特殊产品可适当调整留样期）。

### 20.2 判定规则

当检验结果有一项或一项以上技术指标不符合规定时，应进行复检，复检结果仍不符合规定时，则判定该产品为不合格产品。

### 20.3 仲裁

当供需双方对产品质量检测结果有争议时，由双方共同选定仲裁机构，推荐按照本文件进行仲裁检测。

## 21 标志、包装、运输、贮存

### 21.1 标志

外包装应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、规格型号、净质量、批号、生产日期、保质期、执行标准编号、生产企业名称和地址。经鉴定属于危险化学品或具有危险性的产品，外包装应符合《危险货物包装标志（GB190-2009）》的要求。

### 21.2 包装

产品用安全、绿色、环保的包装物包装。每个包装净质量误差不大于±1%。

### 21.3 运输

运输和装卸过程中切勿倒置，严防受热、受潮破损，注意轻装轻卸，严禁撞击，以免泄露。经鉴定属于危险化学品或具有危险性的产品，应随车附安全技术说明书，按照《危险货物道路运输安全管理办法》及《危险货物道路运输规则（JT/T 617）》等国家相关法规的规定进行运输。

### 21.4 贮存

贮存时应放于阴凉通风处，远离火源。产品贮存期限不超过产品有效期。经鉴定属于危险化学品的，应使用危险化学品专用库房，按照国家相关管理规定进行保管。

## 22 HSE 要求

22.1 产品的供货方应就安全问题按 GB/T 16483 的要求提供化学品安全技术说明书。同时应在显著位置注明该化学品的危险性概述、成分组成、急救措施、消防措施、泄露应急处理、操作处置与储存、废弃处置等信息，以保证下游用户对安全、健康和环境采取必要的防护或保护措施。

22.2 实验人员操作高温高压设备时，应确保环境必须具有良好的通风条件，严格按照安全操作规程进行操作，防止实验过程中气体泄露，实验设备严禁超压使用。

22.3 实验人员使用易燃易爆危险化学品时，须严格按照《危险化学品安全管理条例》执行，有效预防和控制易燃易爆造成的危害，防止事故的发生。

22.4 实验时实验人员应穿戴防护用具，实验室应有通风设备及应急喷淋装置。

22.5 实验所产生的废液应回收处理，禁止直接排放。

22.6 操作时应注意包装是否有破损，及时清理现场。

---