

ICS 75.020
E 14
备案号：57608—2017

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5107—2016

代替 SY/T 5107—2005

水基压裂液性能评价方法

The evaluation measurement for properties of water-based fracturing fluid

2016—12—05 发布

2017—05—01 实施

国家能源局 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 仪器设备、试剂和材料	2
5 压裂液试样制备	3
6 使用剪切过程模拟装置制备液体	3
7 压裂液性能测定方法	4
8 实验结果报告	24
9 水基压裂液性能技术指标	25
10 安全与环境控制要求	25
附录 A (资料性附录) 压裂液性能测定结果表格式	26

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。

本标准修改采用 ISO 13503-1：2011《完井液的黏度特性测量》、ISO 13503-4：2006《增产液和砾石填充液静态滤失测量程序》。

本标准代替 SY/T 5107—2005《水基压裂液性能评价方法》，与 SY/T 5107—2005 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件，更新和删除了部分引用标准（见第2章，2005年版的第2章）；
- 增加了黏度、弹性、滤失等术语和定义（见第3章，2005年版的第3章）；
- 修改了“广泛 pH 试纸”为“精密 pH 试纸”（见 4.6，2005年版的 4.18）；
- 修改了“常压同轴圆筒黏度计”、“高温高压同轴圆筒黏度计”等（见 4.7 和 4.8，2005年版的 4.5 和 4.6）；
- 增加了“管路摩阻仪”（见 4.16）；
- 增加了“氮气”（见 4.19）；
- 修改了“压裂液试样制备”（见第5章，2005年版的第5章）；
- 增加了“使用剪切过程模拟装置制备液体”（见第6章）；
- 本标准组合编辑了 ISO 13503-1：2011，ISO 13503-4：2006 的技术内容，按压裂液特性测试实验顺序进行排列（见第6章和 7.4 至 7.6）；
- 修改了“压裂液交联时间测定等”（见 7.3，2005年版的 6.4 至 6.8）；
- 修改了“压裂液静态滤液性测定”（见 7.6，2005年版的 6.9）；
- 修改了“压裂液降阻率测定”（见 7.12，2005年版的 6.15）；
- 修改了“测定结果表”（见附录 A，2005年版的附录 B）。

本标准与 ISO 13503-1：2011，ISO 13503-4：2006 相比存在技术差异，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线进行了标注。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由采油采气专业标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油勘探开发研究院廊坊分院压裂酸化技术服务中心、中国石油化工股份有限公司石油勘探开发研究院、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司天然气研究院。

本标准主要起草人：管保山、卢拥军、刘萍、梁利、刘玉婷、王丽伟、王海燕、翟文、张汝生、赵梦云、刘友权、熊颖、李建阁、郑贵。

本标准代替了 SY/T 5107—2005。

SY/T 5107—2005 的历次版本发布情况为：

- SY/T 5107—1995。

水基压裂液性能评价方法

1 范围

本标准规定了水基压裂液试样制备、使用剪切过程模拟装置制备液体、压裂液性能测定方法、实验结果报告、水基压裂液性能技术指标、安全与环境控制要求。

本标准适用于水基压裂液性能评价。

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 5336—2006 岩心分析方法

SY/T 5370—1999 表面及界面张力测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

剪切过程模拟装置 shear-history simulator

用于模拟流体剪切过程的装置。

3.2

弹性 elasticity

材料恢复原来的形状和克服应力条件的能力。

3.3

固定筒 bob

同轴圆筒式黏度计的内筒。

3.4

同轴圆筒式黏度计 concentric-cylinder viscometer

由一个同心圆柱转子和同轴固定筒组成的旋转黏度计。

3.5

交联压裂液 non-crosslinked fracturing fluid

线性聚合物增黏溶液或没有表现出明显的弹性导致“爬杆”效应的液体。

3.6

剪切历史 shear history

水基压裂液在测量之前和测量期间所经过的混合方法、剪切速率顺序、剪切时间和温度的变化过程。

3.7

剪切应力 shear stress

保持液体流动所需要的力。

3.8

黏弹性流体 **viscoelastic fluid**

交联聚合物溶液或者其他表现出明显的黏弹性的、导致“爬杆”效应的流体。

3.9

黏度 **viscosity**

当外力引起流动时，流体内摩擦力的量。

3.10

滤失 **leak off**

液体进入孔隙介质的过程。

3.11

初滤失量 **spurt loss**

理论上初始进入多孔介质单位面积的液体量。

3.12

黏度控制的液体滤失系数 **viscosity-controlled fluid-loss coefficient**

表征被滤失液黏度控制的滤失的速率。

3.13

造壁滤失系数 **wall-building leakoff coefficient**

表征由地层滤饼引起的滤失速率的参数。

4 仪器设备、试剂和材料

4.1 混合搅拌器：吴茵（Waring）混调器或同类仪器。

4.2 电子天平：感量 0.1g；电子天平：感量 0.0001g。

4.3 电热恒温水浴锅：工作温度为室温～100℃，控温精度 ±1℃。

4.4 剪切过程模拟装置。

4.5 密度计：符合 GB/T 4472—2011 规定的仪器。

4.6 精密 pH 试纸或 pH 计。

4.7 常压同轴圆筒黏度计：六速旋转黏度计或同类仪器。

4.8 高温高压同轴圆筒旋转黏度计：采用同轴圆筒测试方法的高温高压冻胶黏度测试仪器，控温精度 ±1℃ 或同类仪器。

4.9 静态滤失仪。

4.10 高温高压滤失仪及配套 No988 滤纸或同类产品。

4.11 品氏毛细管黏度计。

4.12 电热恒温干燥箱：工作温度为室温～200℃，控温精度 ±1℃。

4.13 真空泵：抽气流量 2L/s～4L/s，额定真空度 6.66×10^{-2} Pa。

4.14 离心机：转速为 0r/min～4000r/min，配套离心管，其容量为 50mL。

4.15 表界面张力仪：内置天平感量 ±0.0001g。

4.16 管路摩阻仪（见 7.12.2）。

4.17 化学试剂：氯化钾、氯化钠、氯化镁、氯化钙、碳酸钠等均为化学纯试剂。

4.18 煤油：航空煤油或低于航空煤油水分含量的煤油。

4.19 氮气。

5 压裂液试样制备

样品制备及处理的某些方面会影响液体的黏度和流变性能，制备过程尽量减少空气进入液体的几率，其信息包含：

- a) 基液的描述和 / 或组成。
- b) 基液预处理过程，如过滤等。
- c) 描述配液液体类型，如去离子水、自来水或海水等。
- d) 确认混合装置容器的型号、容量、准备的液体的总体积。
- e) 每个液体的组分和添加量。
- f) 每个组分的添加顺序和方法。
- g) 搅拌速度，每个速度下搅拌的时间。
- h) 一定温度下的溶胀实验，如果需要溶胀要在实验前进行。
- i) 测试温度。
- j) pH 值（适用于水相液体）。
- k) 所有其他已知影响测量结果的流体制备方面的因素。

注：由于测试目的和现场施工需要的测试条件不同，对压裂液样品测试前准备过程的剪切历史要求也不同，因此本标准无法规定统一的测试前剪切历史。通常无特别说明时，视为压裂液样品在制备后可直接测试而无剪切历史要求。对于有测试前剪切历史要求的压裂液样品，可以按照压裂施工工艺设计或井筒条件计算温度和剪切条件来设定适宜的测试前剪切历史。在不清楚应用井况，并且用于比较同一类型压裂液的黏度性能时，推荐测试前剪切历史为两种状况：当测试温度低于或等于 93℃ 时，剪切历史推荐为 $675\text{s}^{-1} \pm 67.5\text{s}^{-1}$ 条件下剪切 $2.5\text{min} \pm 10\text{s}$ ；若测试温度高于 93℃ 时，剪切历史推荐为 $1350\text{s}^{-1} \pm 135\text{s}^{-1}$ 条件下剪切 $5.0\text{min} \pm 10\text{s}$ 。

6 使用剪切过程模拟装置制备液体

6.1 模拟装置描述

6.1.1 剪切过程模拟程序用来模拟当液体被输送井下时的剪切速率和剪切时间的影响，本程序的目的是表征剪切过程对液体性能的影响。

6.1.2 剪切过程模拟装置用于控制液体注入黏度计之前的剪切速率、剪切时间和温度，它包括搅拌装置、泵设备及管道等，用来模拟井筒中剪切条件下的液体的特殊方面。剪切历史模拟装置可以满足管路中线性流的要求，流体在单通道模型里流动。

6.1.3 连接到加压的同轴圆筒黏度计剪切过程模拟装置示意图如图 1 所示，在层流中，直径不同的管线，能量耗散率在任何剪切过程装置中是相同的，因此，如果能达到液体预处理的需要，剪切过程模拟器的设计和功能可以改变。

6.2 合适的剪切过程模拟装置的要求

合适的剪切过程模拟装置应：

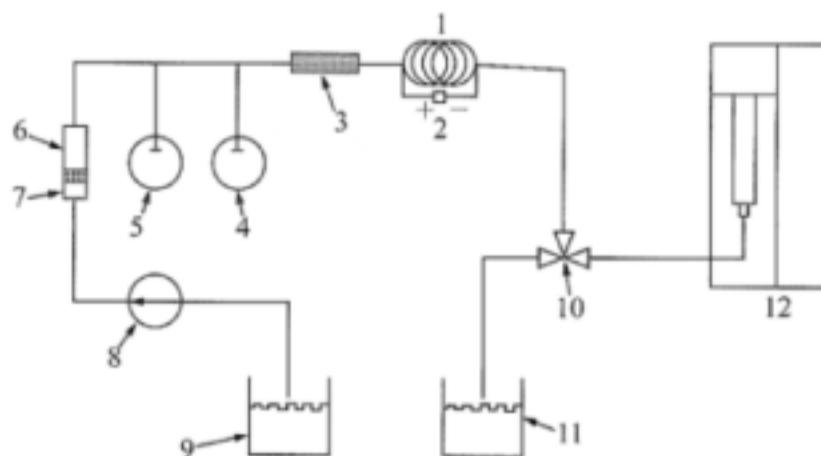
- a) 能够记录并报告测试温度。
- b) 能够确保所有液体添加剂在进入剪切过程模拟装置之前彻底混合。

6.3 样品加入的条件

样品加入时应满足：

- a) 基液在添加剂加入和被填充到管路中时是连续加入。
- b) 剪切过程中管线内保持恒定的剪切速率。

c) 当液体被注入黏度计时，黏度计缝隙中的剪切速率是 100s^{-1} 。



说明：

- 1——提供剪切速率和剪切时间的合理的管线；
- 2——压差测量装置（可选）；
- 3——静态混合装置；
- 4——高压注射最后的添加剂的设备，如交联剂或活化剂；
- 5——二次高压注射添加剂的设备；
- 6——在蓄液池中的基液（即非交联）；
- 7——顶替基液用液压油；
- 8——柱塞泵；
- 9——液压油储液器；
- 10——分流阀；
- 11——液体收集器；
- 12——高温高压同轴圆筒式黏度计。

图 1 剪切过程模拟装置示意图

6.4 剪切过程模拟装置的条件

剪切过程模拟装置应满足：

- a) 液体温度低于或等于 93℃ ，剪切速率 675s^{-1} ，剪切时间 2.5min 。
- b) 液体温度高于 93℃ ，剪切速率 1350s^{-1} ，剪切时间 5min 。

6.5 操作注意事项

操作时应注意：

- a) 采用柱塞泵引起的脉冲应最小化。
- b) 提前准备好基液。
- c) 在液体流动稳定和成分混合均匀之前，保持从剪切过程模拟装置中流出的液体远离黏度计。
- d) 管道、阀门和配件应具有相似的内部直径，以保证液体流过这些部件和流过管道时的剪切速率相同。
- e) 在管线卷绕，线圈的直径应大于最小曲率半径（见 7.4.2.5.5.2）。

7 压裂液性能测定方法

7.1 密度

非交联压裂液和 / 或交联压裂液基液按第 5 章制备，压裂液密度测定，按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 的规定执行。

7.2 pH 值

非交联压裂液和 / 或交联压裂液按第 5 章制备，压裂液基液 pH 值，用精密 pH 试纸或 pH 计测定。

7.3 交联压裂液交联时间

交联压裂液基液按第 5 章压裂液试样制备，以基液 400mL 为准，用秒表记录交联剂加入混调器中直至旋涡消失液面微微突起的时间。

7.4 黏性特征

7.4.1 仪器

仪器用于测量压裂液或交联压裂液基液的黏度和流变特性，所使用的设备应满足以下条件：

- a) 在环形间隙中的流态为层流。
- b) 流体在间隙内壁的滑移可以忽略。
- c) 在任何测量方法中，流体表现出本质上的时间独立性。
- d) 流体需要润湿测量筒壁并保持液体留在环形间隙中。

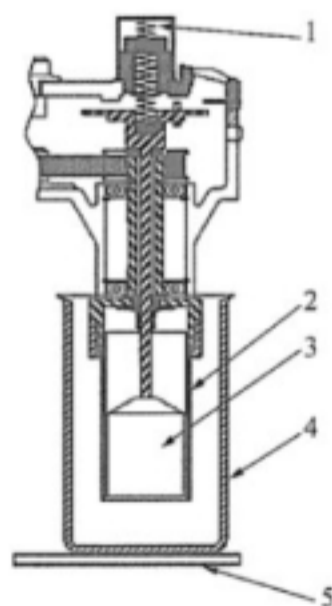
7.4.1.1 仪器校准

与这个程序有关的仪器应根据每个制造商推荐的方法进行校准。

7.4.1.2 常压同轴圆筒黏度计

7.4.1.2.1 仪器描述

常压同轴圆筒黏度计要在环境压力和低于液体沸点的温度下测量。流变参数的计算需要多点测量。任何常压的同轴圆筒黏度计由以下参数来描述（见图 2）：



说明：

- 1——扭转弹簧；
- 2——转子 R1；
- 3——转筒 B1；
- 4——样品杯；
- 5——底座。

图 2 常压同轴圆筒黏度计示意图

- a) 转子 R1：内径为 36.83mm；应与摆锤同心并且延长摆锤的长度；表面光滑。
- b) 转筒 B1：直径为 34.49mm；转子圆柱体部分的长度为 38mm；转子圆柱体底部是水平的，顶部是一个锥角为 60° 的锥形顶；表面需光滑。

7.4.1.2.2 操作

操作过程如下：

- a) 准备：转子和转筒应对齐；所有与液体接触的部件应与液体温度相同；使用厂家提供的推荐标准杯测量；如使用其他容器要保证转子和容器底部之间应至少有 13mm 空隙。
- b) 程序：非交联液样品放置到黏度计之后，液体应在仪器允许的最高剪切速率下搅拌 10s ~ 15s；黏度测量应从最低剪切速率到最高剪切速率逐一变化。记录下在每个剪切速率稳定后 20s 的平均读数。
- c) 计算：为了将每分钟的转数转换为 R1B1 组合的剪切速率，使用公式 (1) 进行换算。

$$1r/min=1.704s^{-1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

对于加载了剪切应力的转筒，读数每偏转一度对应 511Pa。

黏度计算应按照制造商的规定程序。

流变计算见 7.4.2.4。

7.4.1.3 高温高压同轴圆筒黏度计

7.4.1.3.1 仪器描述

用于测量高温或是升温情况下的液体黏度和流变性能。加压操作可最小化夹带空气对测量参数的影响，使测量可在样品的沸点之上进行；多点测量可用于确定液体的流变参数，任何高温高压同轴圆筒黏度计可由下面参数来描述（见图 3）：

- a) 转子 R1：内径 36.828mm；应与摆锤同心并且延长摆锤的长度；表面光滑。
- b) 转筒 B5：直径为 31.934mm；转子圆柱体部分的长度为 76.17mm；表面光滑。

7.4.1.3.2 操作

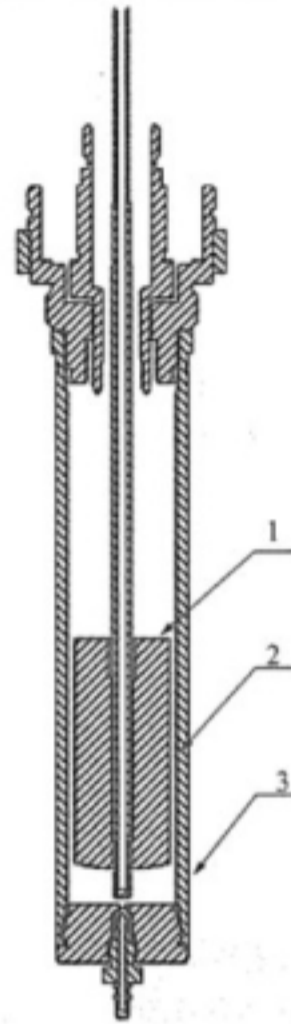
7.4.1.3.2.1 加载、加压和加热流体

加载、加压和加热流体应：

- a) 在液体配置完成之后，立即将液体加入到黏度计中，加入足够覆盖转子的压裂液的数量后，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。
- b) 上述所有环节应在 45s 之内完成。
- c) 从 0s 开始到 20min 的这段时间里尽快升温到实验温度（对第 20min 的温度误差有粗略要求，温度至少应升高到不低于设定温度的 95%，不高于 3℃），在实验的其他时间里，流体的温度的变化应在测试温度的 ±3℃ 以内变化。
- d) 实验从 20min 到 2h5min，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 100⁻¹ 恒速剪切。
- e) 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） 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。

- f) 从 2h5min 至 2h35min 恒定 100s^{-1} 剪切 30min。
 g) 从 2h35min 开始，重复上述 d) 过程，变化剪切速率的时间间隔为 30min，直到 4h5min。
 h) 4h5min 之后变剪切速率开始的时间由操作者控制，但是应记录变化的过程。



说明：

- 1——转筒 B5；
 2——测量缝隙；
 3——转子 R1 / 样品杯。

图 3 高温高压同轴圆筒黏度计示意图

7.4.1.3.2.2 注意事项

应注意的事项：

- a) 在变剪切之前，流体应在恒定的 100s^{-1} 剪切速率下进行剪切。
 b) 实验第 30min 的温度误差严格控制在的 $\pm 3^\circ\text{C}$ 以内。
 c) 表 1 为黏度计的速度（每分钟的转数），对应于基于制定的黏度计的几何速度的剪切速率。

表 1 黏度计速率和对应的剪切速率

黏度计速度, r/min	剪切速率, s^{-1}
29.40	25
58.80	50
88.20	75
117.6	100

7.4.2 计算

7.4.2.1 转数对应剪切速率

转数对应剪切速率使用公式 (2) 计算：

$$1r/min=0.8503s^{-1} \dots\dots\dots (2)$$

7.4.2.2 黏度的计算

黏度计算使用公式 (3) 计算：

$$\mu = k \gamma^{(n-1)} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- μ ——黏度，单位为毫帕秒 (mPa·s)；
- k ——与仪器几何参数无关的稠度系数，单位为毫帕秒的 n 次方 (mPa·s ^{n})；
- γ ——剪切速率，单位为秒的负一次方 (s⁻¹)；
- n ——流动行为指数，无因次。

7.4.2.3 局限性 / 易产生的问题

下列情况可能导致测试结果超出测量范围：

- a) 幂律指数随剪切速率改变。
- b) (非匀质) 滑移流动：
 - 1) 会产生“爬杆”效应的流体。
 - 2) 测量筒中样品的过少或过多。
 - 3) 触变性流体，内部结构的破坏是由时间和剪切速率的函数。
 - 4) 流变材料在恒定剪切速率下剪切时有构建结构的趋势。

7.4.2.4 流变计算

7.4.2.4.1 一般概念

假设液体是符合幂律模型的均匀液体，剪切应力的计算用公式 (4)

$$\tau = k \gamma^n \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- τ ——剪切应力，单位为毫帕 (mPa)；
- k ——压裂液稠度系数；单位为毫帕秒 n 的次方 (mPa·s ^{n})；
- γ ——剪切速率，单位为秒的负一次方 (s⁻¹)；
- n ——流动行为指数，无因次。

7.4.2.4.2 与系统无关的流变学计算

与系统无关的流变学计算：

- a) 与系统无关的流变学和流变学的简单说明。对于一个幂律液体，剪切速率取决于库特黏度计几何学和流动行为指数，剪切速率可以近似地采用牛顿特性，这种剪切速率通称为表观牛顿剪切速率。由剪切应力和表观剪切速率确定的稠度系数称为 K_v ， K_v 用于描述表观牛顿剪切速率下层流中的稠度系数， K_p 用于描述表观牛顿剪切速率下管流中的稠度系数。稠度系数与剪

切速率和与管道几何学有关， K 用于表示实际的稠度系数。

- b) 流变学基本计算公式。下列计算过程首先将理论剪切速率进行数据换算，然后把液体稠度系数 K_v 转换成一个与系统无关的 K 值。如果需要，稠度系数 K 可以通过公式 (5)、公式 (6) 和公式 (7) 转换成与系统有关的管流和层流的稠度系数 K_p 和 K_s 。

$$\tau = K_v (\gamma_n)^n = K \gamma^n \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\mu_v = \frac{\tau}{\gamma_n} = K_v \gamma_n^{(n-1)} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$\mu = \frac{\tau}{\gamma} = K \gamma^{(n-1)} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

τ ——剪切应力，单位为毫帕 (mPa)；

K_v ——与仪器几何参数有关的仪器稠度系数，单位为毫帕秒 n 次方 (mPa·s ^{n})；

γ_n ——表观 (牛顿) 剪切速率，单位为秒的负一次方 (s⁻¹)；

γ ——剪切速率，单位为秒的负一次方 (s⁻¹)；

n ——幂律指数，无因次；

μ_v ——表观黏度，单位为毫帕秒 (mPa·s)；

μ ——实际黏度，单位为毫帕秒 (mPa·s)。

7.4.2.5 同轴圆筒黏度计计算方法

当使用非自动黏度计时下面的程序可用于数据处理和分析工作。

7.4.2.5.1 由扭矩值计算剪切应力

在同轴圆筒上圆柱螺旋扭转弹簧通常安装在固定筒上，间隙内的液体施加到固定筒上的扭矩导致扭转弹簧的偏转，偏转是通过电子或者目视读取的，施加的扭矩可使用公式 (8) 计算：

$$M = c \cdot \theta \quad \dots\dots\dots (8)$$

扭矩表述为一定距离的应力变化，见公式 (9)：

$$M = F \cdot R_b \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

M ——扭矩，单位为牛米 (N·m)；

c ——弹簧常数，单位为牛米每弧度 (N·m/rad)；

θ ——弹簧偏转，单位为弧度 (rad)；

F ——固定筒的切向应力，单位为牛顿 (N)；

R_b ——固定圆筒的外径，单位为米 (m)。

平衡剪切应力可由扭矩计算，见公式 (10)、公式 (11)：

$$\tau A = M / R_b \quad \dots\dots\dots (10)$$

$$\tau = M / 2\pi R_b^2 l \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中：

τ ——固定圆筒上的剪切应力，单位为毫帕（mPa）；

A ——固定圆筒的表面积，单位为平方米（m²）；

l ——内筒的长度，单位为米（m）。

厂家提供不同长度、可以在更宽的黏度范围使用的扭转弹簧，这些弹簧的扭矩值计算可参考制造商提供的文献。

7.4.2.5.2 应用角速度表示的表观剪切速率

角速度 ω 应用公式（12）可转换为固定内筒表面的剪切速率：

$$\gamma_n = 2\omega \left[1 - (R_b/R_c)^2 \right] \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

γ_n ——固定圆筒表面的表观剪切速率，单位为秒的负一次方（s⁻¹）；

ω ——转子的角速度，单位为弧度每秒（rad/s）；

R_b ——固定筒的半径，单位为米（m）；

R_c ——转子的半径，单位为米（m）。

7.4.2.5.3 与仪器几何参数有关的仪器稠度系数和幂律指数的计算

对于每个剪切速率梯度，进行幂律的对数线性回归，见公式（13）：

$$\lg \tau = \lg K_v + n \lg \gamma_n \quad \dots\dots\dots (13)$$

公式（13）用公式（14）形式表示：

$$y = ax + b \quad \dots\dots\dots (14)$$

其中：

$$y = \lg \tau$$

$$x = \lg \gamma_n$$

$$b = \lg K_v$$

a = 直线的斜率

a 的数值即为流动指数 n 。

截距 b 用回归分析得到，然后使用以 10 为底取对数， K_v 可以转化为公式（15）：

$$K_v = 10^b \text{mPa} \cdot \text{s}^n \quad \dots\dots\dots (15)$$

每次计算的稠度系数 K_v 和流动指数 n 需注明相关系数的平方（ R^2 ）的值。

7.4.2.5.4 压裂液稠度系数计算

与仪器几何参数无关的稠度系数 K 的计算见公式（16）：

$$K = K_v \left\{ \left[1 - (R_b/R_c)^2 \right] / n \left[1 - (R_b/R_c)^{2/n} \right] \right\}^{-n} \quad \dots\dots\dots (16)$$

层流的稠度系数 K_s ，可用公式（17）计算：

$$K_s = K \left(\frac{2n+1}{3n} \right)^n \quad \dots\dots\dots (17)$$

管流的稠度系数 K_p ，可用公式 (18) 计算：

$$K_p = K \left(\frac{3n+1}{4n} \right)^n \quad \dots\dots\dots (18)$$

7.4.2.5.5 进行剪切过程模拟配液压裂液的计算

7.4.2.5.5.1 流量和油管长度的要求

保持剪切过程模拟器有合理的尺寸，管的内径 = 0.002 m ~ 0.008 m。管道内径确定后，用公式 (19)、公式 (20) 和公式 (21) 来计算液体流量和管长（假定：给定的时间内保持剪切速率恒定）：

$$v = \frac{\gamma_n \cdot d}{2} \quad \dots\dots\dots (19)$$

$$q_v = 0.7854 d^2 v \quad \dots\dots\dots (20)$$

$$l = v \cdot t \quad \dots\dots\dots (21)$$

式中：

v ——平均流速，单位为米每秒 (m/s)；

γ_n ——牛顿（表观）剪切速率，单位为秒的负一次方 (s^{-1})；

d ——管道直径，单位为 (m)；

q_v ——流量，单位为立方米每秒 (m^3/s)；

l ——管道长度，单位为米 (m)；

t ——时间，单位为秒 (s)。

7.4.2.5.5.2 最小曲率半径

在多数情况下，油管的长度可能很长，这就需要将油管进行盘绕，以占较小的空间。线圈的直径应尽可能大以减小由曲率引起的额外的能量耗散。当迪恩数 > 10 时，对流体阻碍有很大的增加。

迪恩数由公式 (22) 定义：

$$De = Re \sqrt{\frac{R}{r}} \quad \dots\dots\dots (22)$$

式中：

De ——迪恩数，无因次；

Re ——雷诺数，无因次；

R ——管道内径，单位为米 (m)；

r ——曲率半径，单位为米 (m)。

为将流体阻力的增加最小化，曲率半径应大于由公式 (23) 决定的最小值：

$$r > \frac{Re^2 R}{100} \quad \dots\dots\dots (23)$$

7.5 黏弹性

7.5.1 测量系统的选择

7.5.1.1 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。

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

7.5.1.3 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。

7.5.1.4 对于中等强度冻胶 ($1\text{Pa} \leq G' \leq 10\text{Pa}$) 试样, 随强度增大, 可依次选用较大直径锥板、平板或较小直径带齿平板系统。

7.5.2 振荡模式测量程序

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

7.5.2.2 放置试样, 选择振荡测量模式, 在 0.1Hz 下进行应力扫描, 确定线性黏弹区。

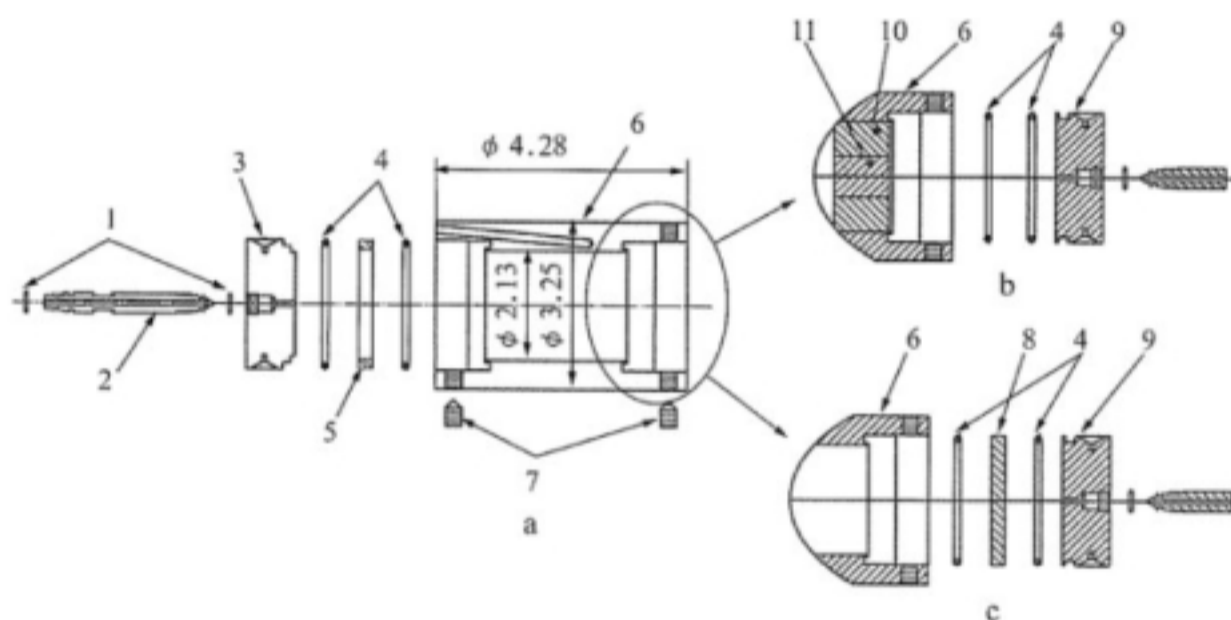
7.5.2.3 在线性黏弹区内选定一个应力值, 进行频率扫描或时间扫描 (根据用户要求而定)。

7.5.2.4 用全过程取值对应的 G' 和 G'' 来确定压裂液黏弹性。

7.6 静态滤失性

7.6.1 设备

图 4 和图 5 分别是两种典型的静态滤失仪的滤失筒示意图, 其容量分别是 175mL 和 500mL。



说明:

1—O 形环密封;

2—阀杆/阀;

3—顶罩;

4—O 形环密封;

5—备份环;

6—筒体;

7—固定螺钉;

8—滤纸或人造岩心;

9—底帽;

10—密封装置;

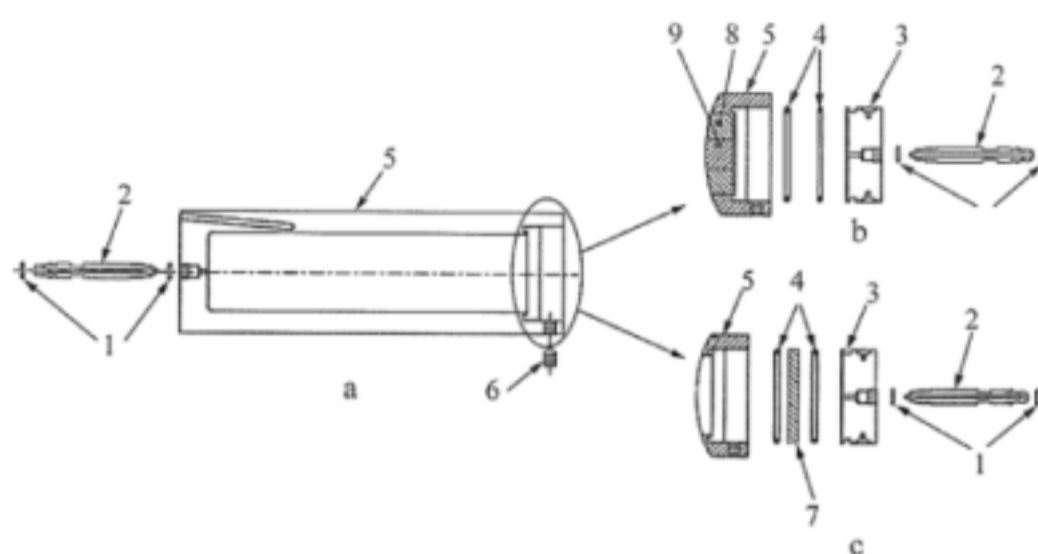
11—天然岩心;

a—液体滤失筒; 175mL, 12.400MPa;

b—天然岩心;

c—人造岩心或滤纸。

图 4 典型的 175mL 滤失仪

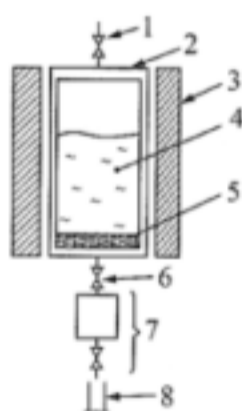


说明：

- 1——O 形环密封；
- 2——阀杆 / 阀；
- 3——底帽；
- 4——O 形环密封；
- 5——筒体；
- 6——固定螺钉；
- 7——滤纸或人造岩心；
- 8——密封装置；
- 9——天然岩心；
- a——液体滤失筒；500mL，12.4MPa；
- b——天然岩心；
- c——人造岩心或滤纸。

图 5 典型的 500mL 滤失仪

滤失筒没有指定的类型，可以使用滤纸、天然或人造岩心样品作为过滤介质。当测试温度超过滤液的沸点时，应给滤失筒筒体加载回压。测试岩心或者过滤介质应安装在滤失筒筒体里，这样流体就不能绕过岩心和过滤介质。滤失仪的原理图如图 6 所示。



说明：

- 1——增压阀；
- 2——滤失筒；
- 3——加热源；
- 4——样品液；
- 5——过滤介质；
- 6——滤液阀；
- 7——回压接收器，可选；
- 8——滤液收集器。

图 6 静态滤失示意图

7.6.2 仪器校准

与这些程序相关的仪器应按照仪器说明书推荐的方法进行校准。

7.6.3 测量程序

7.6.3.1 总则

液体滤失试验用于模拟液体滤失到地层的过程。滤失实验测量液体滤失到过滤介质的速率，用以计算滤失系数，从而指导压裂工程设计。

本标准这一部分提供了测试过程的指导方针，通过本程序获得的数据只对本实验负责。液体不得与仪器表面反应产生污染物，不能改变关键的测量仪器尺寸或进行损害机器的操作。

7.6.3.2 岩心

7.6.3.2.1 选取

岩心选取：

- a) 与储层有相似渗透率和孔隙度的岩心优先使用。可以使用储层岩心，岩心建议为长度为 2.54cm，直径为 2.54cm。
- b) 如果使用人造岩心，人造岩心的物理性质要类似于储层岩心，实验前测定岩心的空气渗透率。

7.6.3.2.2 准备

岩心用基础流体或者模拟地层流体 [例如 4% 氯化铵或 2% 氯化钾 (质量比)] 饱和。在地层流体成分未知的情况下，岩心应使用不与基质矿物发生反应的非敏感性盐水饱和。

7.6.4 操作程序

7.6.4.1 步骤

根据过滤介质的类型，有三个程序组装滤失筒，这些程序描述如下。

7.6.4.1.1 滤纸介质

在杯子的底部放垫片和一个孔眼大小为 38 μ m 筛网，确保底阀关闭；确保滤失筒中充满测试液体。放三张孔眼大小为 8 μ m 的滤纸在顶部，组装顶部并关闭顶部阀门，将滤失筒放入加热套。如果测试温度高于液体沸点，连接压力线到回压接收器，给系统加回压。

7.6.4.1.2 天然岩心

如果岩心适用于仪器，在杯子底部放垫片，确保底阀关闭，确保滤失筒中充满测试液体，将预先饱和的天然岩心（长 2.54cm，直径 2.54cm）放在夹持器里，按照说明书将夹持器放入滤失筒中，组装顶部并关闭顶部阀门，将滤失筒放入加热套中。如果测试温度高于液体沸点，连接压力线到回压接收器，给系统加回压。

7.6.4.1.3 人造岩心

在杯子的底部放垫片和一个孔眼大小为 38 μ m 的筛网，确保底阀关闭。确保滤失筒中充满测试液体。将预先饱和的人造岩心（长 2.54cm，直径 2.54cm）放在夹持器里，按照说明书将夹持器放入滤

失筒中，组装顶部并关闭顶部阀门，将滤失筒放入加热套中。如果测试温度高于液体沸点，连接压力线到回压接收器，给系统加回压。

7.6.4.2 测试过程

通过打开顶部阀门，保证滤失筒恒压，恒定的压力值通常要比预期回压高 6.895MPa，温度到达测试温度（或压裂关井时间），打开底阀，将滤液收集进一个量筒，记录滤液体积，作为计算时间的参数。再记录打开阀门后的 1min，2min，4min，9min，16min，25min 和 36min，记录收集滤液的体积（在收集滤液的过程中要确保蒸发量最小化，另外，液体质量计算不包括容器质量），这些数据用于计算初滤失量、滤失系数或压裂液的滤液黏度。

7.6.5 计算

7.6.5.1 液体滤失图

在实验前几分钟，累积滤失量与时间呈线性关系。如果流体滤失是受黏度控制的，滤失曲线成线性关系（见 7.6.5.4.1）；如果流体滤失受滤饼控制，滤失曲线与时间呈非线性关系，累积滤失量与时间的平方根成线性关系（见 7.6.5.4.2）。

7.6.5.2 受黏度控制的滤失系数

如果图成线性并通过原点（见示例 7.6.5.4.1），在试验温度下，滤液黏度根据公式（24）计算：

$$\mu = \frac{kA\Delta p}{QL} \times 10 \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中：

- k ——液体的渗透率，单位为平方微米（ μm^2 ）；
- A ——过滤介质表面暴露于液体的横截面积，单位为平方厘米（ cm^2 ）；
- Δp ——通过过滤介质的压差，单位为兆帕（MPa）；
- Q ——流量，单位为立方厘米每秒（ cm^3/s ）；
- L ——过滤介质的长度，单位为厘米（cm）；
- μ ——滤液在试验温度下的黏度，单位为毫帕秒（ $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ）。

由于流体的黏滞性，根据计算得到的滤液黏度，使用公式（25）可以确定滤失控制系数 C_v ，重新整理后为公式（26）：

$$C_v = \sqrt{\frac{k\Delta p\phi}{2\mu}} \quad \dots\dots\dots (25)$$

$$C_v = 0.707 \sqrt{\frac{k\phi\Delta p}{\mu}} \quad \dots\dots\dots (26)$$

式中：

- k ——液体的渗透率，单位为平方米（ m^2 ）；
- ϕ ——过滤介质的有效孔隙度，无因次；
- Δp ——通过过滤介质的压差，单位为帕（Pa）；
- μ ——滤液在试验温度下的黏度，单位为帕秒（ $\text{Pa} \cdot \text{s}$ ）；
- C_v ——受黏度控制的滤失系数，单位为米每秒的平方根（ $\text{m}/\text{s}^{1/2}$ ）。

7.6.5.3 造壁滤失系数（不受黏度控制的滤失系数）

当累积滤液量与时间成非线性关系，滤液量（毫升）与时间的平方根有关，利用收集到的三个数据点（通常是 16min，25min，36min），回归成一条直线，获得与纵轴的截距并计算斜率（见 7.6.5.4.2 示例）。也可以使用最小平方差来计算截距（ b ）和斜率（ m ）。给出计算公式（27）：

$$m = \frac{3 \sum_{i=1}^3 t_i v_i - \sum_{i=1}^3 t_i \sum_{i=1}^3 v_i}{3 \sum_{i=1}^3 t_i^2 - \left(\sum_{i=1}^3 t_i \right)^2} \dots\dots\dots (27)$$

式中：

t_i ——时间的平方根；

v_i ——在 t_i 时的滤液体积，单位为毫升（mL）；

i ——数据序号，1 ~ 3；

m ——滤失曲线的斜率，单位为立方米每秒的平方根（ $m^3/s^{1/2}$ ）。

截距 b 按照公式（28）计算：

$$b = \bar{v} - m \bar{t}_i \dots\dots\dots (28)$$

式中：

b ——滤失曲线上在 $t=0$ 时的滤失体积，单位为立方米（ m^3 ）；

\bar{t}_i ——时间平方根的平均值，单位为秒的平方根（ $s^{1/2}$ ）；

\bar{v} ——滤出体积的平均值，单位为立方米（ m^3 ）。

使用斜率和截距可以计算造壁滤失系数 C_w ，见公式（29）：

$$C_w = \frac{m}{2A} \dots\dots\dots (29)$$

使用斜率和截距可以计算初滤失量 S_L ，见公式（30）：

$$S_L = \frac{b}{A} \dots\dots\dots (30)$$

式中：

C_w ——造壁滤失系数（受滤饼控制的滤失系数），单位为米每秒的平方根（ $m/s^{1/2}$ ）；

S_L ——初滤失量，单位为立方米每平方米（ m^3/m^2 ）；

A ——过滤介质的横截面积，单位为平方米（ m^2 ）。

7.6.5.4 示例

7.6.5.4.1 黏度控制滤失的示例

滤失实验参数见表 2。

滤失实验数据见表 3。

表 3 数据回归成一条直线，见图 7。