



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118496830 A

(43) 申请公布日 2024. 08. 16

(21) 申请号 202410950075.X

(22) 申请日 2024. 07. 16

(71) 申请人 陕西久鑫石油工程技术有限公司
地址 710016 陕西省西安市国家民用航空
产业基地飞天路588号北航科技园1号
楼3031-1室

(72) 发明人 李亮 卢星

(74) 专利代理机构 郑州慧广知识产权代理事务
所(特殊普通合伙) 41160
专利代理师 李张英

(51) Int. Cl.

C09K 8/512 (2006. 01)

C09K 8/58 (2006. 01)

C09K 8/584 (2006. 01)

C12P 19/04 (2006. 01)

C12P 19/14 (2006. 01)

D06M 15/356 (2006. 01)

G08F 289/00 (2006. 01)

G08F 220/56 (2006. 01)

D06M 16/00 (2006. 01)

D06M 101/04 (2006. 01)

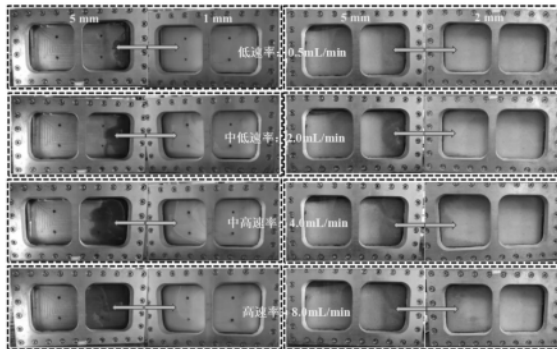
权利要求书1页 说明书6页 附图4页

(54) 发明名称

一种自适应化学堵水剂及其制备方法

(57) 摘要

本申请涉及油田化学技术领域,具体公开了一种自适应化学堵水剂及其制备方法。一种自适应化学堵水剂及其制备方法,按重量百分比包括复合纤维凝胶颗粒、海藻酸钠、渗析调节剂、微纳功能纤维、水;通过聚二烯丙基二甲基氯化铵实现纤维阳离子化,促进纤维素酶的作用效果,提高其深部运移能力和吸附性,采用N-羟甲基丙烯酰胺对丙烯酰胺交联微球进行表面改性,引入活性双键,然后与微纳功能纤维、丙烯酰胺交联制备复合纤维凝胶颗粒,增加了其韧性和堵水能力。本申请的制备方法制得的自适应化学堵水剂具有进入性能与储层导流能力自适应,封堵性能与储层含油饱和度自适应的特点。



1. 一种自适应化学堵水剂,其特征在于,按重量百分比包括复合纤维凝胶颗粒0.5-1.0%、海藻酸钠0.3-0.8%、渗析调节剂0.5-1.5%、微纳功能纤维0.5-1.5%、余量的水。

2. 根据权利要求1所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述微纳功能纤维的制备方法为:将木质素纤维浸没于阳离子浓度为20-25%的聚二烯丙基二甲基氯化铵溶液中,搅拌均匀,然后加入50u/mg的纤维素酶进行酶解,然后过滤,干燥,得微纳功能纤维。

3. 根据权利要求2所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述纤维素酶的添加量为:每千克木质纤维素,添加纤维素酶120-180mg;酶解条件为:温度45-65℃,pH为4.5-6.5,时间40-70min。

4. 根据权利要求3所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述复合纤维凝胶颗粒的制备方法为:将丙烯酰胺溶液、微纳功能纤维、多功能团交联微球混合均匀,最后加入过硫酸铵,40-50℃下反应2-3h,冷却至室温,抽滤,真空干燥即可;所述丙烯酰胺溶液中丙烯酰胺的质量含量为15%-20%。

5. 根据权利要求4所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述丙烯酰胺溶液、微纳功能纤维、多功能团交联微球、过硫酸铵的质量体积比为(40-60)mL:(1.5-2.5)g:(3.5-5.5)g:(10-15)mg。

6. 根据权利要求5所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述多功能团交联微球的制备方法为:S1,氮气环境下,将环己烷、Span80-Tween60、丙烯酰胺溶液按比例混合均匀,然后升温至40-50℃,加入引发剂,光照引发聚合反应,恒温反应3-4h后,加入无水乙醇破乳,得到纳米级交联微球溶液;S2,向纳米级交联微球溶液中加入对甲苯磺酸,然后加入N-羟甲基丙烯酰胺,加热至60-65℃,恒温反应1-1.5h后,再加入无水乙醇,过滤,丙酮洗涤,真空干燥,得多功能团交联微球。

7. 根据权利要求6所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述S1中环己烷、Span80-Tween60、丙烯酰胺溶液的体积比为(50-80):(10-12):(20-30),丙烯酰胺溶液中丙烯酰胺的质量含量为50%,Span80-Tween60中Span80和Tween60的质量比为3:1,所述引发剂为联苯甲酰,添加量为丙烯酰胺质量的0.5-0.6%;所述丙烯酰胺溶液还含有质量含量为4%的乙酸钠。

8. 根据权利要求7所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述S2中N-羟甲基丙烯酰胺的质量为S1中丙烯酰胺质量的70-80%,对甲苯磺酸的添加量为N-羟甲基丙烯酰胺质量的0.5-1%。

9. 根据权利要求8所述的一种自适应化学堵水剂,其特征在于,所述渗析调节剂为李连型表面活性剂。

10. 一种如权利要求1-9任一所述的自适应化学堵水剂的制备方法,其特征在于,步骤如下:在搅拌状态下将海藻酸钠、微纳功能纤维、复合纤维凝胶颗粒、渗析调节剂依次加入水中,搅拌均匀即得。

一种自适应化学堵水剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本申请涉及油田化学技术领域,更具体地说,它涉及一种自适应化学堵水剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 我国低渗油藏,在注水开发过程中,由于储层非均质性严重,注入水沿高渗透带窜流,导致注入水波及效果差,油井采出液中含水上升快,堵水调剖技术一直是油田改善注水开发效果、实现油藏稳产的有效技术手段,可有效控制地层水、注入水对油井的影响,降低油井含水,提高油层的动用程度,增加原油的可采储量,最终达到提高采收率的目的。

[0003] 目前,低渗油藏水平井控水仍面临着快速找水、高效堵水等技术难题,主要包括(1)低流量水平井找水困难;(2)见水方式多样:井网/缝网模式、注水方式、注入水/地层水、储层特征等因素导致见水层段多、见水类型/方向复杂、见效特征认识困难;(3)水平井段长、压裂段数多、缝间矛盾突出;管外层内串流溢流、出砂、漏失等问题。而常规的堵水措施和堵水工艺适应性较差,调剖堵水治理有效率低。中国专利申请文件CN102040975A公开了一种硅酸盐堵水剂,由硅酸钠、硫酸铝、氯化钙、淀粉、水泥组成。尽管配制方便、价格低廉,但其缺点是强度较低,现场应用受到限制。

发明内容

[0004] 为了进一步解决低渗油藏水平井控水堵水能力低的技术问题,本申请提供一种自适应化学堵水剂及其制备方法。

[0005] 第一方面,本申请提供一种自适应化学堵水剂,采用如下的技术方案:

一种自适应化学堵水剂,按重量百分比包括复合纤维凝胶颗粒0.5-1.0%、海藻酸钠0.3-0.8%、渗析调节剂0.5-1.5%、微纳功能纤维0.5-1.5%、余量的水。

通过采用上述技术方案,采用复合纤维凝胶颗粒、海藻酸钠、渗析调节剂和微纳功能纤维为主体制备自适应化学堵水剂,具有易进宽缝,难进窄缝,堵水能力强,油相渗透率高的特点。

[0006] 优选的,所述微纳功能纤维的制备方法为:将木质素纤维浸没于阳离子浓度为20-25%的聚二烯丙基二甲基氯化铵溶液中,搅拌均匀,然后加入50u/mg的纤维素酶进行酶解,然后过滤,干燥,得微纳功能纤维。聚二烯丙基二甲基氯化铵溶液中的阳离子浓度特指的是铵根阳离子浓度。

[0007] 通过采用上述技术方案,聚二烯丙基二甲基氯化铵实现纤维阳离子化,同时能够促进纤维素酶的作用效果,使木质纤维呈现出更多的细纤维化、粗糙化的表面,且具有较多的孔隙和微纤维,增强其吸附能力。

[0008] 优选的,所述纤维素酶的添加量为:每千克木质纤维素,添加纤维素酶120-180mg;酶解条件为:温度45-65°C,pH为4.5-6.5,时间40-70min。

[0009] 通过采用上述技术方案,该条件下,获的微纳功能纤维长度在2-10 μ m之间,直径2-

8nm范围内,具有可深部运移的一维属性,粘度低,选择性进入高渗透条带物,以及良好吸附性度,提高堵水能力。

[0010] 优选的,所述复合纤维凝胶颗粒的制备方法为:将质量含量为15%-20%的丙烯酰胺溶液、微纳功能纤维、多功能团交联微球混合均匀,最后加入过硫酸铵,40-50°C下反应2-3h,冷却至室温,抽滤,真空干燥即可。

[0011] 通过采用上述技术方案,可以增强自适应化学堵水剂的吸收能力和强度。

[0012] 优选的,所述丙烯酰胺溶液、微纳功能纤维、多功能团交联微球、过硫酸铵的质量体积比为(40-60)mL:(1.5-2.5)g:(3.5-5.5)g:(10-15)mg。

[0013] 通过采用上述技术方案,复合纤维凝胶颗粒的吸水能力强,韧性高,形变能力好。

[0014] 优选的,所述多功能团交联微球的制备方法为:S1,氮气环境下,将环己烷、Span80-Tween60、丙烯酰胺溶液按比例混合均匀,然后升温至40-50°C,加入引发剂,光照引发聚合反应,恒温反应3-4h后,加入无水乙醇破乳,得到纳米级交联微球溶液;S2,向纳米级交联微球溶液中加入对甲苯磺酸,然后加入N-羟甲基丙烯酰胺,加热至60-65°C,恒温反应1-1.5h后,再加入无水乙醇,过滤,丙酮洗涤,真空干燥,得多功能团交联微球。

[0015] 通过采用上述技术方案,获的多功能团交联微球的交联能力强。

[0016] 优选的,所述S1中环己烷、Span80-Tween60、丙烯酰胺溶液的体积比为(50-80):(10-12):(20-30),丙烯酰胺溶液中丙烯酰胺的质量含量为50%,Span80-Tween60中Span80和Tween60的质量比为3:1,所述引发剂为联苯甲酰,添加量为丙烯酰胺质量的0.5-0.6%;所述丙烯酰胺溶液还含有质量含量为4%的乙酸钠。

[0017] 通过采用上述技术方案,获的多功能团交联微球粒径适中。

[0018] 优选的,所述S2中N-羟甲基丙烯酰胺的质量为S1中丙烯酰胺质量的70-80%,对甲苯磺酸的添加量为N-羟甲基丙烯酰胺质量的0.5-1%。

[0019] 通过采用上述技术方案,多功能团交联微球的转化率高。

[0020] 优选的,所述渗析调节剂为孪连型表面活性剂。

[0021] 通过采用上述技术方案,可有效降低油水界面张力,提高驱油效率。

[0022] 第二方面,本申请提供一种自适应化学堵水剂的制备方法,步骤如下:在搅拌状态下将海藻酸钠、微纳功能纤维、复合纤维凝胶颗粒、渗析调节剂依次加入水中,搅拌均匀即得。

[0023] 综上所述,本申请具有以下有益效果:

1、本申请采用复合纤维凝胶颗粒、海藻酸钠、渗析调节剂和微纳功能纤维为主体制备的自适应化学堵水剂,具有易进宽缝,难进窄缝;堵水能力强,油相渗透率高的特点。

[0024] 2、本申请中优选采用聚二烯丙基二甲基氯化铵辅助纤维素酶制备微纳功能纤维,通过聚二烯丙基二甲基氯化铵实现纤维阳离子化,同时能够促进纤维素酶的作用效果,最终获得长度在2-10 μ m之间,直径2-8nm范围的微纳功能纤维,该微纳功能纤维具有可深部运移的一维属性和选择性进入高渗透条带物以及良好吸附性的特点,能够配合复合纤维凝胶颗粒、海藻酸钠和渗析调节剂等成分形成网状结构,提高堵水能力。

[0025] 3、本申请中优选采用N-羟甲基丙烯酰胺对丙烯酰胺交联微球进行表面改性,引入活性双键,然后与微纳功能纤维、丙烯酰胺交联制备复合纤维凝胶颗粒,增加了复合纤维凝胶颗粒凝胶的韧性和堵水能力。

[0026] 4、采用本申请的制备方法制的自适应化学堵水剂具有进入性能与储层导流能力自适应,封堵性能与储层含油饱和度自适应的特点。

附图说明

[0027] 图1:本申请制备的多功能团交联微球的红外谱图。

[0028] 图2:本申请制备的微纳功能纤维的电镜扫描图。

[0029] 图3:本申请的多功能团交联微球的制备路径。

[0030] 图4:本申请制备的自适应化学堵水剂的油/水相渗透率测试图(上曲线对应水相,下曲线对应油相)。

[0031] 图5:本申请制备的自适应化学堵水剂裂缝封堵效果评价图。

[0032] 图6:本申请制备的自适应化学堵水剂封堵前后裂缝内的压力梯度场三维等值线图(上:封堵前;下:封堵后)。

[0033] 图7:本申请制备的自适应化学堵水剂应用效果图(上曲线:含水百分率;中曲线:日产液量;下曲线:日产油量)。

具体实施方式

[0034] 以下结合实施例对本申请作进一步详细说明。

[0035] 本申请实施例及对比例的原料除特殊说明以外均为普通市售。

[0036] 实施例

实施例1

一种自适应化学堵水剂,按重量百分比包括复合纤维凝胶颗粒0.5%、海藻酸钠0.8%、渗析调节剂0.5%、微纳功能纤维1.5%、余量的水。

[0037] 所述微纳功能纤维的制备方法为:将木质素纤维浸没于阳离子浓度为20%的聚二烯丙基二甲基氯化铵溶液中,搅拌均匀,然后加入50u/mg的纤维素酶进行酶解,然后过滤,干燥,得微纳功能纤维。所述纤维素酶的添加量为:每千克木质纤维素,添加纤维素酶120mg;酶解条件为:温度45°C,pH为4.5,时间40min;纤维素酶为3000U/g。

[0038] 所述复合纤维凝胶颗粒的制备方法为:将质量含量为15%的丙烯酰胺溶液40mL、微纳功能纤维1.5g、多功能团交联微球3.5g混合均匀,最后加入过硫酸铵10mg,40°C下反应2h,冷却至室温,抽滤,真空干燥即可。

[0039] 所述多功能团交联微球的制备方法为:

S1,氮气环境下,将环己烷50mL、Span80-Tween60 10mL、丙烯酰胺溶液20mL按比例混合均匀,然后升温至40°C,加入引发剂,紫外光照引发聚合反应(紫外光波长365nm,光强度120mW/cm²,照射时间70s),恒温反应3h后,加入无水乙醇破乳,得到纳米级交联微球溶液;Span80-Tween60中Span80和Tween60的质量比为3:1,丙烯酰胺溶液中丙烯酰胺的质量含量为50%,丙烯酰胺溶液还含有质量含量为4%的乙酸钠;引发剂为联苯甲酰,添加量为丙烯酰胺质量的0.5%。

[0040] S2,向纳米级交联微球溶液中加入对甲苯磺酸,然后加入N-羟甲基丙烯酰胺,加热至60°C,恒温反应1h后,再加入无水乙醇,过滤,丙酮洗涤,真空干燥,得多功能团交联微球;所述S2中N-羟甲基丙烯酰胺的质量为S1中丙烯酰胺质量的70%,对甲苯磺酸的添加量为N-

羟甲基丙烯酰胺质量的0.5%。

[0041] 所述渗析调节剂为孪连型表面活性剂,优选为磺酸盐型孪连表面活性剂。

[0042] 实施例2

一种自适应化学堵水剂,按重量百分比包括复合纤维凝胶颗粒0.8%、海藻酸钠0.5%、渗析调节剂1.0%、微纳功能纤维1.0%、余量的水。

[0043] 所述微纳功能纤维的制备方法为:将木质素纤维浸没于阳离子浓度为23%的聚二烯丙基二甲基氯化铵溶液中,搅拌均匀,然后加入50u/mg的纤维素酶进行酶解,然后过滤,干燥,得微纳功能纤维。所述纤维素酶的添加量为:每千克木质纤维素,添加纤维素酶150mg;酶解条件为:温度50°C,pH为5,时间55min;纤维素酶为3000U/g。

[0044] 所述复合纤维凝胶颗粒的制备方法为:将质量含量为18%的丙烯酰胺溶液50mL、微纳功能纤维2.0g、多功能团交联微球4.0g混合均匀,最后加入过硫酸铵13mg,45°C下反应3h,冷却至室温,抽滤,真空干燥即可。

[0045] 所述多功能团交联微球的制备方法(如图3所示)为:

S1,氮气环境下,将环己烷65mL、Span80-Tween60 11mL、丙烯酰胺溶液25mL按比例混合均匀,然后升温至45°C,加入引发剂,紫外光照引发聚合反应(紫外光波长365nm,光强度120mW/cm²,照射时间75s),恒温反应3.5h后,加入无水乙醇破乳,得到纳米级交联微球溶液;Span80-Tween60中Span80和Tween60的质量比为3:1,丙烯酰胺溶液中丙烯酰胺的质量含量为50%,丙烯酰胺溶液还含有质量含量为4%的乙酸钠;引发剂为联苯甲酰,添加量为丙烯酰胺质量的0.55%。

[0046] S2,向纳米级交联微球溶液中加入对甲苯磺酸,然后加入N-羟甲基丙烯酰胺,加热至65°C,恒温反应1h后,再加入无水乙醇,过滤,丙酮洗涤,真空干燥,得多功能团交联微球;所述S2中N-羟甲基丙烯酰胺的质量为S1中丙烯酰胺质量的75%,对甲苯磺酸的添加量为N-羟甲基丙烯酰胺质量的0.8%。

[0047] 所述渗析调节剂为孪连型表面活性剂,优选为磺酸盐型孪连表面活性剂。

[0048] 实施例3

一种自适应化学堵水剂,按重量百分比包括复合纤维凝胶颗粒1.0%、海藻酸钠0.3%、渗析调节剂1.5%、微纳功能纤维0.5%、余量的水。

[0049] 所述微纳功能纤维的制备方法为:将木质素纤维浸没于阳离子浓度为25%的聚二烯丙基二甲基氯化铵溶液中,搅拌均匀,然后加入50u/mg的纤维素酶进行酶解,然后过滤,干燥,得微纳功能纤维。所述纤维素酶的添加量为:每千克木质纤维素,添加纤维素酶180mg;酶解条件为:温度65°C,pH为6.5,时间70min;纤维素酶为3000U/g。

[0050] 所述复合纤维凝胶颗粒的制备方法为:将质量含量为20%的丙烯酰胺溶液60mL、微纳功能纤维2.5g、多功能团交联微球5.5g混合均匀,最后加入过硫酸铵15mg,50°C下反应3h,冷却至室温,抽滤,真空干燥即可。

[0051] 所述多功能团交联微球的制备方法为:

S1,氮气环境下,将环己烷80mL、Span80-Tween60 12mL、丙烯酰胺溶液30mL按比例混合均匀,然后升温至50°C,加入引发剂,紫外光照引发聚合反应(紫外光波长365nm,光强度120mW/cm²,照射时间80s),恒温反应4h后,加入无水乙醇破乳,得到纳米级交联微球溶液;Span80-Tween60中Span80和Tween60的质量比为3:1,丙烯酰胺溶液中丙烯酰胺的质量

含量为50%,丙烯酰胺溶液还含有质量含量为4%的乙酸钠;引发剂为联苯甲酰,添加量为丙烯酰胺质量的0.6%。

[0052] S2,向纳米级交联微球溶液中加入对甲苯磺酸,然后加入N-羟甲基丙烯酰胺,加热至65°C,恒温反应1.5h后,再加入无水乙醇,过滤,丙酮洗涤,真空干燥,得多功能团交联微球;所述S2中N-羟甲基丙烯酰胺的质量为S1中丙烯酰胺质量的80%,对甲苯磺酸的添加量为N-羟甲基丙烯酰胺质量的1%。

[0053] 所述渗析调节剂为孪连型表面活性剂,优选为磺酸盐型孪连表面活性剂。

[0054] 一种自适应化学堵水剂的制备方法,步骤如下:在搅拌状态下将海藻酸钠、微纳功能纤维、复合纤维凝胶颗粒、渗析调节剂依次加入水中,搅拌均匀即得。

[0055] 性能检测试验

(1)对实施例1所得的多功能团交联微球进行红外分析,结果如图1所示,从图1中,可以看出,在波数为1630.1 cm^{-1} 处的一个很强的吸收峰,是由于C=C双键伸缩振动引起的;波数在1686.3 cm^{-1} 处的吸收峰为酰胺中的C=O键引起的;波数在3194.7 cm^{-1} 处的吸收峰为脂肪族仲胺NH伸缩;其它吸收峰还有:波数在2913.5 cm^{-1} 处的吸收峰为烷烃反对称伸缩引起;波数在1448.0 cm^{-1} 处的吸收峰为CH₂烷烃变角引起。因此,可证实在多功能团交联微球结构中顺利引入了具有反应活性的C=C双键。

[0056] (2)使用激光粒度分析仪对实施例1所得的多功能团交联微球进行粒径分析,发现其粒径小于40 μm 的比例有73%。

[0057] (3)对实施例2所得的微纳功能纤维进行电镜扫描分析,结果如图2所示。从图2中可以看出,微纳功能纤维长度在2-10 μm 之间,直径2-8nm。

[0058] (4)对实施例3所制备的自适应化学堵水剂进行油/水相渗透率测试,结果如图4所示(上曲线对应水相,下曲线对应油相)。从图4中可以看出,所制备自适应化学堵水剂封堵水相的能力远远高于油相,油相通过能力为水相100倍。

[0059] (5)同时使用并联双裂缝可视化模型(大裂缝缝宽5mm、小裂缝缝宽1mm)和(大裂缝缝宽5mm、小裂缝缝宽2mm)对实施例2所制备的自适应化学堵水剂在不同注入速率下进行复杂裂缝封堵效果评价,结果如图5所示。从图5中可以看出,自适应化学堵水剂在不同注入速率下主要进入宽缝,并联裂缝的缝宽差异越大,宽缝对窄缝的屏蔽效果越明显。

[0060] (6)自适应化学堵水剂封堵前后对裂缝内压力梯度的影响程度:实施例3所制备的自适应化学堵水剂在缝内的封窜驻留尺寸设置为0.5PV,测试封堵前后水驱压力,绘制压力梯度等值线图如图6(上:封堵前;下:封堵后)所示。从图6中可以看出,封堵后,裂缝内的水驱压力梯度数值明显升高,说明此时由于堵剂的封堵作用,后续注入水较多的进入强水淹带和弱水驱带内,扩大了水驱波及系数,有利于提高剩余油采出程度。

[0061] (7)使用本申请制备的实施例2制备的自适应化学堵水剂对铁90-95井(长6层2198.0-2203.0m(5.0m)段射孔后加砂25方压裂)进行堵水试验;本井前期产量较高,邻井生产较好,含水较低。含水上升期初期产油还在2t以上,后因堵塞液量下降,压裂解堵仍高含水停井)进行堵水施工,用量350 m^3 ,累计注入液量500 m^3 、排量15-18 m^3/h ;注入压力10-13MPa,2032年10月对不动管柱堵水施工。堵水施工前高含水停井,堵水施工后日产液5.36 m^3 ,日产油0.67t,含水量为87.6%(如图7所示)。

[0062] 本具体实施例仅仅是对本申请的解释,其并不是对本申请的限制,本领域技术人

员在阅读完本说明书后可以根据需要对本实施例作出没有创造性贡献的修改,只要在本申请所要求保护的范围内都受到专利法的保护。

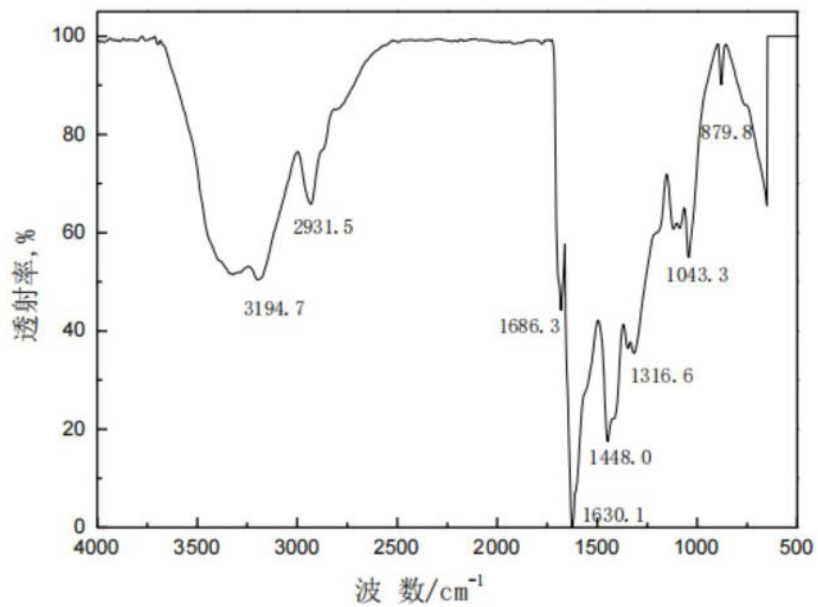


图 1

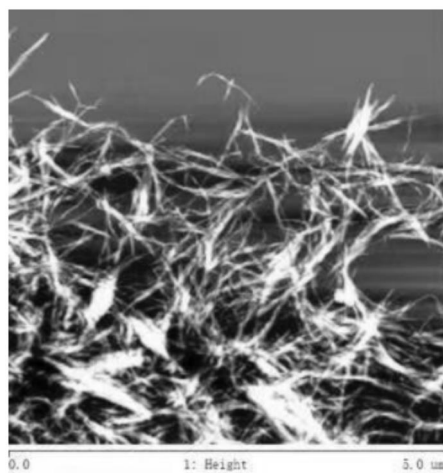


图 2

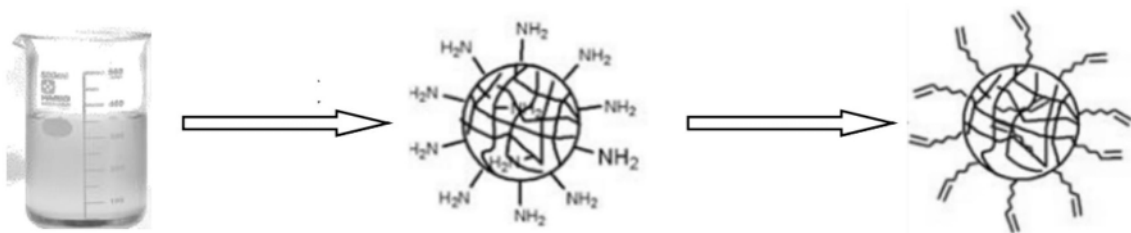


图 3

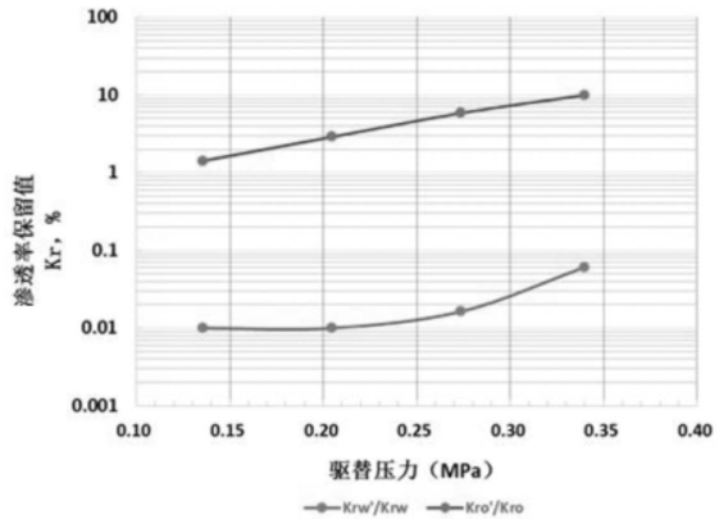


图 4

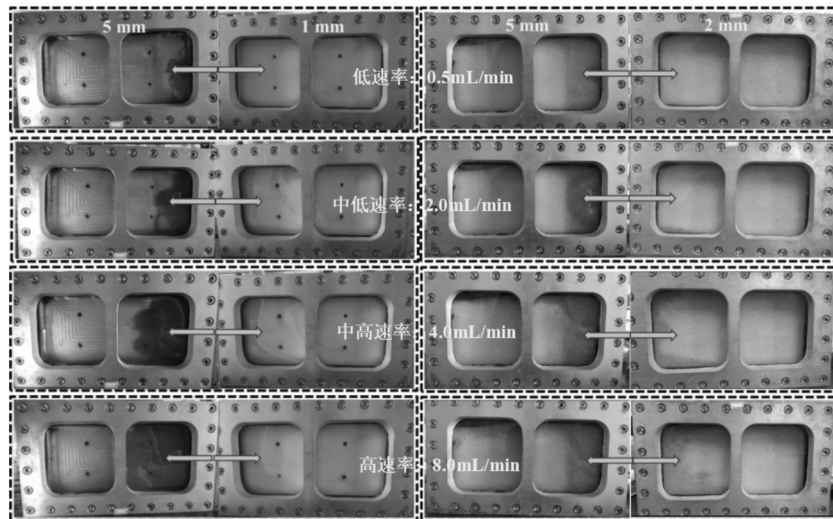


图 5

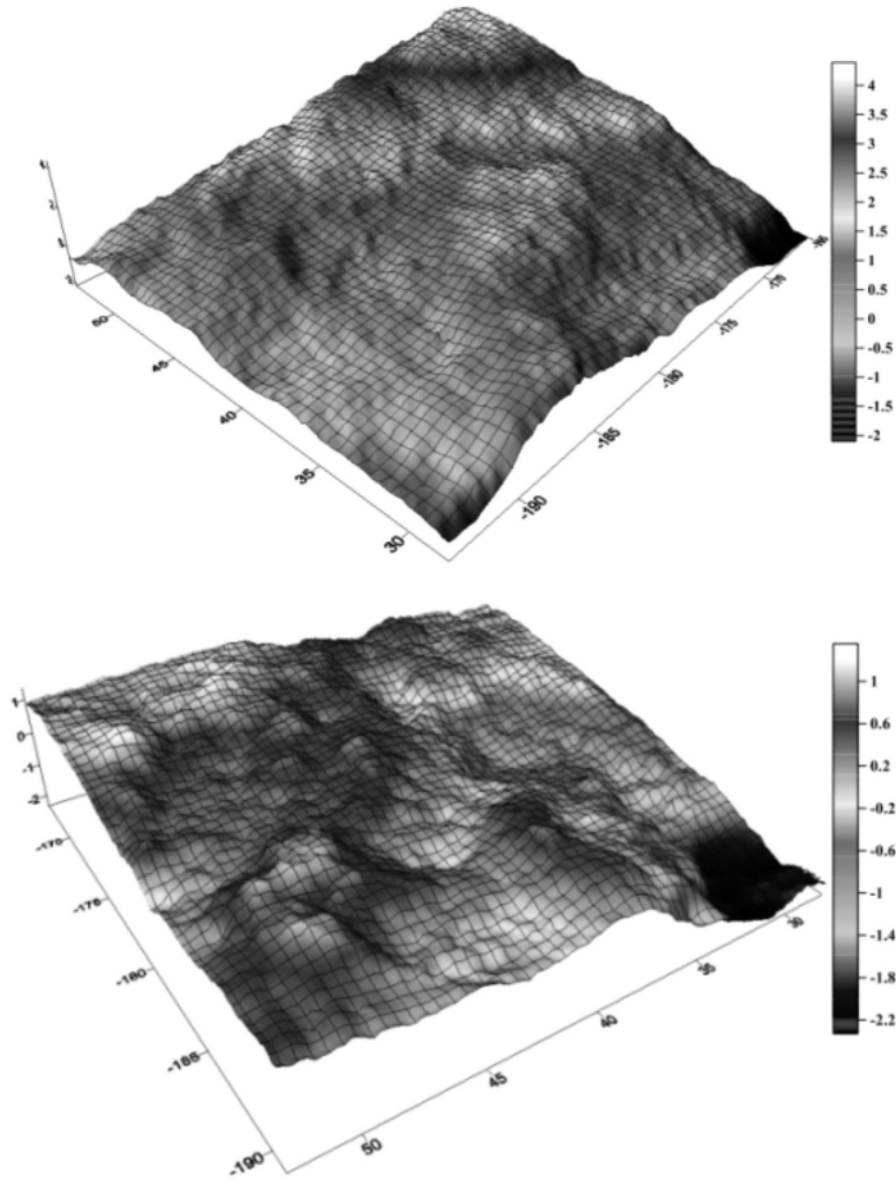


图 6



图 7