DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 263 896 A3

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

4(51) E 21 B 33/13

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP E 21 B / 297 601 2	(22)	15.12.86	(45)	18.01.89

(71) VEB Erdgasförderung „Karl Marx" Salzwedel, Gerstedter Weg, Salzwedel, 3560, DD
(72) Blecker, Gerhard, Markert, Holder; Thiede, Rainer, Dipl.-Geologe; Köhler, Siegfried, Dr. sc. techn. Dipl.-Ing.; Pacholke, Georg, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Götzke, Norbert, Dipl.-Chem.; Frank, Herwig-Ingo, Dipl.-Geologe; Eins, Inge; Förster, Manfred, Dipl.-Chem.; Ditten, Ulrich, Dipl.-Geologe, DD

(54) **Verfahren zur selektiven Säuerung von Mehrschichtspeicher**

(55) Verfahren, selektiven Säuerung, Mehrschichtspeicher Blockierung, Schichten, Erdgasspeicher, Bohrlöcher, Ablenkagens, Kieselsäure, einmalig, intervallweise, Injektionsraten

(57) Verfahren zur selektiven Säuerung von Mehrschichtspeichern unter Verwendung von Säuren in Kombination mit Ablenkagentien zur Blockierung unterschiedlich permeabler Schichten bei der Stimulation von Erdöl- und Erdgasspeichern und anderen Bohrlöchern. Als Ablenkagens bei dem Verfahren wird Kieselsäure eingesetzt, die einmalig oder intervallweise, zusammen mit der Säure, mit unterschiedlichen Injektionsraten verpreßt wird.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur selektiven Säuerung von Mehrschichtspeichern unter Verwendung von Säuren in Kombination mit Ablenkagentien zur Blockierung unterschiedlich permeabler Schichten bei der Stimulation von Erdöl- und Erdgasspeichern, Untergrundspeichern, Geothermie-, Injektions- und Wasserentnahmesonden, **dadurch gekennzeichnet,** daß als Ablenkagens Kieselsäure verwendet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Kieselsäure der Säure bzw. dem Wasser in einer Konzentration von 50 bis 1000 kg/m^3, vorzugsweise 100 bis 500 kg/m^3, beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Kieselsäure mit einer Korngrößenverteilung von 1 bis 250 nm, vorzugsweise 5 bis 100 nm, eingesetzt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Kieselsäure in Abhängigkeit von den Speicherschichten einmalig oder in mehreren Intervallen eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Blockierung in Abhängigkeit von der Konzentration und der Injektionsgeschwindigkeit gefahren wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Injektionsgeschwindigkeit in den Grenzen von 200 bis 3000 l/min variiert.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur selektiven Säuerung von Mehrschichtspeichern von unterirdischen Formationen bei Erdöl- und Erdgasspeichern, Untergrundspeichern sowie Injektions- und Wasserentnahmesonden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bereits bekannt, daß in erdöl- und/oder erdgasführenden Speichergesteinen Stimulationen mit dem Ziel durchgeführt werden, die

— durch den bohrtechnischen Aufschluß,
— durch Sondenreparaturarbeiten,
— während der Förderung aufgetretener Speicherschädigungen

zu beseitigen und/oder die Matrixpermeabilität zu verbessern. Solche Stimulationen sind Säuerungen, Formationswaschungen und Fracbehandlungen.
Zur selektiven Säuerung von unterirdischen Formationen werden vielfach organische polymere Verbindungen eingesetzt, die am Gestein einen Filterkuchen bilden und somit bewirken, daß nachfolgende Säure in andere Schichten umgelenkt wird.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur selektiven Säuerung von Mehrschichtspeichern zu entwickeln, wodurch eine sichere Handhabung ermöglicht wird unter Verminderung des Zeitaufwandes sowie Einsparung an Material- und Operationskosten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur selektiven Säuerung von Mehrschichtspeichern zu entwickeln, bei dem vorrangig hochpermeable Speicherschichten blockiert werden und die nachfolgende Säure in weniger permeable Schichten abgelenkt wird.
Durch die Erfindung werden folgende technische Aufgaben gelöst:

— die Blockierung einzelner Speicherhorizonte,
— die Verminderung des Flüssigkeitsverlustes,
— das Ablenken des Flüssigkeitsstromes von hochpermeablen zu geringer permeablen Schichten.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß als Ablenkagenz Kieselsäure ($H_2 Si O_3$) verwendet wird. Die Kieselsäure wird durch Reaktion von Hexafluorkieselsäure mit Aluminiumhydroxid bzw. durch Zugabe von Natronlauge zu einem Gemisch aus Hexafluorkieselsäure und Aluminiumchlorid erzeugt. Es resultiert bei diesen Umsetzungen eine weiße, lockere, voluminöse, pulvrige Kieselsäure, die röntgenamoph ist. Diese Fällungskieselsäure hat eine Korngröße von 1 bis 250 µm, wobei der Anteil von 5 bis 18 µm überwiegt und etwa 80% ausmacht.
Die so trocken oder in einer feuchten Aufschlämmung gewonnene Kieselsäure wird der Stimulationsflüssigkeit in einer Konzentration von 50 bis 1000 kg/m^3, vorzugsweise 100 bis 500 kg/m^3 zugemischt. Das erfindungsgemäße Verfahren zur

sele tiven Säuerung von Mehrschichtspeichern verläuft in mehreren Etappen, indem zunächst 1 bis 5 m^3 Säure oder Wasser, dann 3 bis 8 m^3 Säure oder Wasser mit Kieselsäure, anschließend 4 bis 20 m^3 Säure und nochmals Wasser verpreßt werden. Entsprechend dem Mehrschichtspeicher kann der Zusatz der Kieselsäure mehrfach wiederholt bzw. intervallweise gefahren werden.
Als Säuren kommen vorrangig Salzsäure und Essigsäure oder Gemische von diesen in Betracht. Die Konzentration der Säuren beträgt zwischen 5 bis 20%.
Dem Wasser bzw. der Säure können Zusätze, wie Tenside und/oder auch andere chemische Verbindungen, wie z.B. Polypyrrolidiniumsalzlösung in Konzentration von 0,01 bis 3% vorzugsweise 0,05 bis 0,5% zugeführt werden. Obwohl Kieselsäure weder chemisch noch durch Temperatur abgebaut (in Lösung gebracht) werden kann, ergeben sich in Kernversuchen im Labor und in der Feldpraxis keine totalen Blockierungen, die den Zufluß von Erdgas (oder Erdöl) behinderten.
Bei der Rückförderung wird der Filterkuchen — bestehend aus Kieselsäure — zum Teil wieder ausgetragen. Im Labortest verbesserte sich in der Entlastungsphase die Durchlässigkeit der Kerne für Gas mit fortschreitender Zeit.
Das bedeutet, daß anhaftende Kieselsäure von der Kernfläche zeitlich bedingt abgelöst wird und die Fließwege wieder frei werden.

Beispiel 1:
Zur Erprobung des Blockierungsverhaltens und zur Ermittlung der Durchlässigkeit nach dem Anpressen von Kieselsäure wurden in einer Fließapparatur, die natürliche und künstliche Kerne unterschiedlicher Durchlässigkeit (Permeabilität) enthielt, folgende Untersuchungen durchgeführt:
1. Messen der Durchlässigkeit mit Stickstoff (trocken und feucht) = Ausgangspermeabilität = Kv
2. Anpressen der Kieselsäuresuspension mit 1,5 MPa
3. Entlasten und Freispülen
4. Erneute Messung der Durchlässigkeit = Kn

In der Tabelle 1 sind die Ergebnisse zusammengefaßt.

Tabelle 1: Anpressen von Kieselsäureaufschlämmungen an Bohrkerne

Nr.	Konz. g/l	Kv $10^3 nm^2$	Kn $10^3 nm^2$	$\frac{Kn}{Kv}$	Filtratmengen ml (nach 2 h)
1	750	9,5	10,1	1,06	36
2	750	240	136	0,57	70
3	250	22	13	0,59	54
4	250	3,7	3,9	1,05	32

Aus der Tabelle 1 ist erkennbar, daß bei den niederen Permeabilitäten von 3,7 und 9,5 (Nr. 1 und 4) nach dem Entlasten keine Schädigung der Kernmatrix auftritt, während bei den höheren Permeabilitäten von 22 und 240 · $10^3 nm^2$ Schädigungen von 43% bzw. 41% (Nr. 2 und 3) auftreten. Hier wird der Filterkuchen von Kieselsäure nicht sofort vollständig abgelöst, sondern erst über einen längeren Zeitraum.
Aus der letzten, rechten Spalte der Tabelle 1 ergibt sich die blockierende Wirkung der Kieselsäure. Die aufgeführte Menge wurde nach einer Anpreßzeit von 2 Stunden gemessen bei einem Differenzdruck von 1,5 MPa.

Beispiel 2:
Die im Beispiel 1, Tabelle 1, enthaltenen Rückförderungspermeabilitäten Kn werden sofort gemessen. Setzt man die Rückförderungsperiode über mehrere Stunden fort, verbessern sich die Permeabilitäten, d.h. weitere Kieselsäure wird von der Stirnfläche des Kernes abgelöst und zum Teil wieder ausgetragen (herausgeblasen). Folgende Meßwerte belegen die Pemeabilitätsverbesserung:

Versuchs-Nr. 3:	sofort	= 13	$10^3 nm^2$
(Beispiel 1, Tab. 1):	1 h	= 14	$10^3 nm^2$
	2 h	= 17	$10^3 nm^2$
	3 h	= 22	$10^3 nm^2$
Versuchs-Nr. 4:	sofort	= 3,9	$10^3 nm^2$
	1 h	= 4,0	$10^3 nm^2$
	2 h	= 4,1	$10^3 nm^2$
	3 h	= 4,3	$10^3 nm^2$

Beispiel 3:
Das erfindungsgemäße Verfahren wurde in einem mehrschichtig erdgasführenden Speichergestein, dessen Permeabilität in der Größenordnung von 0,1 bis 10 · ($10^3 nm^2$) lag, durchgeführt.
Mehrfache „normale" Säurebehandlungen führten in der Sonde, — dessen Lagerstättendruck kleiner als die hydrostatische war — zu keinem Erfolg. Erst das erfindungsgemäße Verfahren führte zu einer Leistungsverbesserung auf das 1,6fache (vorher 500, dann 780 · $10^3 m^3/d$).

Zu diesem Zweck wurden 4 m^3 Süßwasser mit 1000 kg Kieselsäure versetzt und diese Behandlungssuspension mit einer Injektionsrate von 250–450 l/min in das Bohrloch eingebracht. Daraus wurden 16 m^3 10%ige HCl und verschäumtes (mit Erdgas durchgastes) Süßwasser nachgepreßt. Im Verlaufe des Verpressens konnten durch den Druckverlauf mehrere Aufbrecheffekte festgestellt werden. Nach einer Reaktionszeit von 16 Stunden erfolgte die technische Freiförderung der Sonde, wobei Spuren von Kieselsäure ausgetragen wurden.

Beispiel 4:
In einer Erdgasfördersonde mit mehrschichtigen Speichergesteinen wurde das erfindungsgemäße Verfahren eingesetzt, um durch eine selektive Säurebehandlung die Gasförderung zu verbessern und gleichzeitig den Fracgradienten mehrerer Schichten zu ermitteln. In die erdgasgefüllte Sonde wurden entsprechend dem erfindungsgemäßen Verfahren in Reihenfolge folgende Behandlungen durchgeführt:
Verpressen von
a) 4 m^3 15%ige inhibierte Essigsäure
b) 3 m^3 Wasser mit 500 kg Kieselsäure
c) 4 m^3 Essigsäure (15%ig) mit 1000 kg Kieselsäure
d) 4 m^3 15%ige Essigsäure
e) 10 m^3 Wasser
Das Verpressen der ersten 4 m^3 Säurelösung erfolgte ohne Aufbrecheffekt.
Mit dem jeweiligen Anpressen des Blockierungsmediums traten Aufbrecheffekte ein, die den verschiedenen Permeabilitäten der Schichten zugeordnet und durch Variation der Injektionsraten zwischen 300 und 2000 l/min provoziert werden konnten.
Die Erdgasförderleistung dieser Sonde konnte verdoppelt werden.

In Betracht gezogene Druckschriften:
DD-PS 142735 (E 21 B, 33/00), 159015 (E 21 B, 33/138), US-PS 4100079, 4107057 (E 21 B, 42/27)