



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104345042 A

(43) 申请公布日 2015.02.11

(21) 申请号 201410614901.X

G01N 11/10(2006.01)

(22) 申请日 2014.11.05

(71) 申请人 中国石油集团川庆钻探工程有限公司

地址 610051 四川省成都市成华区府青路 1 段 3 号川庆钻探公司科技信息处

(72) 发明人 蒲祖凤 何启平 尹丛彬 李翼
李嘉 蔡远红 刘楠 周瀚
罗炽臻 蒋玲玲

(74) 专利代理机构 成都天嘉专利事务所(普通合伙) 51211

代理人 冉鹏程

(51) Int. Cl.

G01N 21/31(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

页岩气压裂返排液回收分析检测方法

(57) 摘要

本发明公开了一种页岩气压裂返排液回收分析检测方法,其步骤如下:S1、现场返排液过滤后存入储液池备用;S2、采用原子吸收光谱法对储液池中返排液样品进行组分检测;S3、离子含量控制范围分别是: $K^+ \leq 1500\text{mg/L}$ 、 $Ca^{2+} \leq 600\text{mg/L}$ 、 $Na^+ \leq 2000\text{mg/L}$ 、 $Mg^{2+} \leq 1000\text{mg/L}$ 、 $NH_4^+ \leq 600\text{mg/L}$ 、总 Fe $\leq 25\text{mg/L}$ 、 $Cl^- \leq 3000\text{mg/L}$ 、 $Al^{3+} \leq 30\text{mg/L}$ 、 $SO_4^{2-} \leq 200\text{mg/L}$ 、COD $\leq 300\text{mg/L}$;S4、测试返排液的运动粘度,粘度数值大于自来水运动粘度的 110%,直接注入容器备用;粘度数值小于或等于自来水运动粘度的 110%,需要按照清水滑溜水配制的加量补充降阻剂后,注入容器备用。本方法能分析页岩气储层水力压裂后不同阶段返排液的性能,研究返排液重复使用的影响因素,以便后续工序进行处理。

1. 一种页岩气压裂返排液回收分析检测方法,其特征在于步骤如下:

S1、现场返排液采用 100 目过滤筛滤除机械杂质后,存入储液池备用;

S2、在储液池中取返排液样品,采用原子吸收光谱法进行组分检测,返排液组分检测的项目包括:K⁺、Ca²⁺、Na⁺、Mg²⁺、总 Fe、Sr²⁺、Al³⁺、NH₄⁺、Cl⁻、SO₄²⁻,SRB 和 COD;

S3、检测完成后,读取返排液中离子含量,离子含量控制范围分别是:K⁺ ≤ 1500 mg/L、Ca²⁺ ≤ 600 mg/L、Na⁺ ≤ 2000 mg/L、Mg²⁺ ≤ 1000 mg/L、NH₄⁺ ≤ 600 mg/L、总 Fe ≤ 25mg/L、Cl⁻ ≤ 3000 mg/L、Al³⁺ ≤ 30 mg/L、SO₄²⁻ ≤ 200 mg/L、COD ≤ 300 mg/L,视为达标;

S4、S3 的检测完成后,再采用运动粘度计测试返排液的运动粘度,如果粘度数值大于自来水运动粘度的 110%,视为有粘度,可继续适用于压裂,直接注入容器备用;

如果粘度数值小于或等于自来水运动粘度的 110%,视为无粘度,按照清水滑溜水配制的加量补充降阻剂,补充完成后,注入容器备用。

2. 根据权利要求 1 所述的页岩气压裂返排液回收分析检测方法,其特征在于:在 S4 步骤之后还有 S5、在返排液回注地层使用之前,对容器中备用的滑溜水小样进行再次检测,检测采用对比检测方式进行,对比检测的滑溜水配方分别是:

(1) 新配置的对比用清水滑溜水:99.9 份清水或自来水+0.1 份降阻剂;

(2) 容器中备用的返排液滑溜水:99.9 份返排液+0.1 份降阻剂。

3. 根据权利要求 2 所述的页岩气压裂返排液回收分析检测方法,其特征在于:在 S5 步骤之后还有 S6、S5 步骤中的两种对比滑溜水配方完成后,采用运动粘度计对滑溜水的运动粘度进行评价,如果返排液滑溜水的运动粘度不低于清水滑溜水运动粘度的 90%,且返排液滑溜水现场施工降阻率达到清水滑溜水降阻率的 60% 以上视为性能合格,可以注入地层实施压裂施工,否则,需对返排液进行再处理后方可继续使用。

4. 根据权利要求 3 所述的页岩气压裂返排液回收分析检测方法,其特征在于:所述运动粘度计是指型号为 YDN-2 的运动粘度计。

页岩气压裂返排液回收分析检测方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明涉及石油天然气页岩储藏压裂开采技术领域,确切地说涉及页岩气压裂返排液回收分析检测方法。

背景技术

[0003] 在石油天然气的开采过程中,压裂是油气井增产和水井增注的主要措施之一,是油气田勘探和开发不可缺少的一项重要技术手段。无论是常规储藏采用的加砂压裂增产措施、还是近两年在国内进行的大规模页岩气开采技术都需要配制大量施工液体。因此,对于大规模的水力压裂不仅对我国短缺的淡水资源造成压力,而且生成的大量返排废液对环境造成很大的压力,经过处理重复使用既能节约水资源又能减小对环境的污染,因此开展压裂返排液处理回用技术研究意义重大。

[0004] 中国页岩气开采处于起步阶段,在改造技术方面主要借鉴了美国页岩气开采方面的技术。页岩气储层水力压裂的单井施工用液量往往多达几万方,生成的大量返排废液对环境造成很大的压力,排放也造成资源浪费,必须经过处理重复使用。美国页岩气钻探中,已有约 70% 的水来自水力压裂再利用的水。我国对于页岩气的开发处于起步阶段,为了应对大规模压裂作业带来的环境和再生资源利用问题,为了实现页岩气压裂作业返排液真正意义上的重复利用,确保页岩气开采的可持续发展,探索实施一种压裂液返排液处理再利用的新技术迫在眉睫。现在,页岩气藏多采用平台建设,采用工厂化压裂模式,一个平台将用到压裂滑溜水 3 ~ 6 万方,滑溜水配方简单,但返排液成分复杂。因此,分析页岩气储层水力压裂后不同阶段返排液的性能,研究返排液重复使用的影响因素,并经过处理,使处理后的返排液性能满足重复使用的要求可以极大地减少页岩气开发对水资源的消耗,实现降低成本,保护环境的双赢。

[0005] 通过查新,在专利文献数据库查阅到相关专利共 8 个,分别是专利申请号 200910071306.5;专利号申请号 200920246228.3;专利号申请号 201010237746.6;专利号申请号 201120570680.2;专利号申请号 201320145527.4;专利号申请号 201320425803.2;专利号申请号 201320475827.9;专利号申请号 201310693266.4。所列专利项主要涉及油田增产常规植物胶压裂返排液检测或处理装置或回用方法,没有涉及页岩气藏滑溜水压裂返排液检测、处理和重复利用技术。

[0006] 现在页岩气藏采用工厂化压裂技术,不再使用常规气藏增产的植物胶(胍胶)压裂液,而是采用滑溜水加砂压裂。滑溜水压裂类似于清水压裂,但相当于清水其施工泵注摩阻可以降低 70%,可以实现施工过程中大排量注入。滑溜水配方简单,具有优良的降阻、助排、稳粘性能,液体成本低廉,同时,引入储层液体成分单一,可以最大限度的减小地层伤害。而滑溜水返排液由于受到地层岩石吸附和储层污染,成分变得较为复杂,返排液复杂的成分会影响其再次使用性能,特别是返排液中的金属离子,会影响阴离子型降阻剂的分散溶解

降阻性能,甚至出现絮凝现象。返排液在重复使用前需要经过分析检测和处理,才能进行补充添加剂配制成有效的滑溜水用于下一井次的施工压裂。同时,不同储层不同井次的残液返排速度不同,返排液收集和存放的时间不同,短则一边排放一边收集使用,长则收集存放长达数月甚至1年,在存放过程中,液体会严重变质,特别是产生大量细菌,SRB是最典型的破坏性细菌,在使用前考虑除菌。

[0007] 国内页岩气藏开发刚刚起步,现场大量滑溜水压裂返排液从检测手段、检测设备、处理方法、处理装备、重复使用规范等方面都处于空白状态。已有的相关专利技术,主要针对油气田水处理和常规油气藏加砂压裂液(即植物胶压裂液)的返排液的处理技术(包括装置和处理方法),没有涉及页岩气藏开发中,滑溜水加砂压裂返排液的回用检测和处理并重复使用的技术。

发明内容

[0008] 本发明旨在针对上述现有技术所存在的缺陷和不足,提供一种页岩气压裂返排液回收分析检测方法,采用本发明能分析页岩气储层水力压裂后不同阶段返排液的性能,研究返排液重复使用的影响因素,以便后续工序进行处理,使处理后的返排液性能满足重复使用的要求可以极大地减少页岩气开发对水资源的消耗,实现降低成本,保护环境的双赢。

[0009] 本发明是通过采用下述技术方案实现的:

一种页岩气压裂返排液回收分析检测方法,其特征在于步骤如下:

S1、现场返排液采用100目过滤筛滤除机械杂质后,存入储液池备用;

S2、在储液池中取返排液样品,采用原子吸收光谱法进行组分检测,返排液组分检测的项目包括: K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、总Fe、 Sr^{2+} 、 Al^{3+} 、 NH_4^+ 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} ,SRB和COD;

S3、检测完成后,读取返排液中离子含量,离子含量控制范围分别是: $K^+ \leq 1500$ mg/L、 $Ca^{2+} \leq 600$ mg/L、 $Na^+ \leq 2000$ mg/L、 $Mg^{2+} \leq 1000$ mg/L、 $NH_4^+ \leq 600$ mg/L、总Fe ≤ 25 mg/L、 $Cl^- \leq 3000$ mg/L、 $Al^{3+} \leq 30$ mg/L、 $SO_4^{2-} \leq 200$ mg/L、COD ≤ 300 mg/L,视为达标;

S4、S3的检测完成后,再采用运动粘度计测试返排液的运动粘度,如果粘度数值大于自来水运动粘度的110%,视为有粘度,可继续适用于压裂,直接注入容器备用;

如果粘度数值小于或等于自来水运动粘度的110%,视为无粘度,按照清水滑溜水配制的加量补充降阻剂,补充完成后,注入容器备用。

[0010] 在S4步骤之后还有S5、在返排液回注地层使用之前,对容器中备用的滑溜水小样进行再次检测,检测采用对比检测方式进行,对比检测的滑溜水配方分别是:

(1) 新配置的对比用清水滑溜水:99.9份清水或自来水+0.1份降阻剂;

(2) 容器中备用的返排液滑溜水:99.9份返排液+0.1份降阻剂。

[0011] 在S5步骤之后还有S6、S5步骤中的两种对比滑溜水配方完成后,采用运动粘度计对滑溜水的运动粘度进行评价,如果返排液滑溜水的运动粘度不低于清水滑溜水运动粘度的90%,且返排液滑溜水现场施工降阻率达到清水滑溜水降阻率的60%以上视为性能合格,可以注入地层实施压裂施工,否则,需对返排液进行再处理后才可继续使用。

[0012] 所述运动粘度计是指型号为YDN-2的运动粘度计。

[0013] 所述降阻剂是经四川省质量技术监督局标准备案的名称为《压裂用降阻剂(SD2-12)》,标准号为Q/67579579—6.459—2011的标准中所指的降阻剂,或者本领域中常

用的配置滑溜水所用的降阻剂,例如专利号为 201310712341.7 所公开的降阻剂。

[0014] 所述的 SRB 具体是指硫酸盐还原菌。

[0015] 所述的 COD 具体是指化学需氧量。

[0016] 与现有技术相比,本发明的有益效果表现在:

1、本方法采用 S1-S4 的步骤对返排液进行回收分析检测,特别是 S2 步骤中,特定地采用原子吸收光谱法进行组分检测,其为物理检测法,不引进化学物质,能够避免破坏液体本身性能;S2 步骤中,特定的需要对 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、总 Fe、 Sr^{2+} 、 Al^{3+} 、 NH_4^+ 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、SRB 和 COD 这些项目进行检测,是因为返排液成分很复杂,大多数返排液中都含有大量这些离子,当这些离子含量超标时,返排液就不能直接配制滑溜水,因为这些离子会影响降阻剂的分散溶解性能和降阻效果,所以必须对返排液中成分进行检测,并通过处理把这些有害离子含量控制在 S1 和 S4 所述范围内。S3 步骤中,对“ $K^+ \leq 1500$ mg/L、 $Ca^{2+} \leq 600$ mg/L、 $Na^+ \leq 2000$ mg/L、 $Mg^{2+} \leq 1000$ mg/L、 $NH_4^+ \leq 600$ mg/L、总 Fe ≤ 25 mg/L、 $Cl^- \leq 3000$ mg/L、 $Al^{3+} \leq 30$ mg/L、 $SO_4^{2-} \leq 200$ mg/L、COD ≤ 300 mg/L”都有这样具体而详细的特别设定,具有什么样的特别技术效果,是因为这些离子含量的规定是通过室内单因素分析得出,任何一个离子含量超出范围,都会影响滑溜水降阻剂的性能。

[0017] 综上所述,采用本检测方法,能分析页岩气储层水力压裂后不同阶段返排液的性能,研究返排液重复使用的影响因素,以便后续工序进行处理,使处理后的返排液性能满足重复使用的要求可以极大地减少页岩气开发对水资源的消耗,实现降低成本,保护环境的双赢。

[0018] 2、采用 S4 和 S5 步骤后,能够使用返排液滑溜水,也就实现了返排液的回收利用,返排液回用的经济效果明显,现在以配制 $100m^3$ 页岩气压裂滑溜水为例说明:

采用清水配制的成本约为 1.5 万(配方为 0.1% 降阻剂 +99.9% 清水,清水以目前成都自来水工业用水价格为例计算,自来水就近购买,30 公里以内运输成本 1200 元/车次);(药品 3000 元 + 水 8700 元 + 其它 3300 元)。假设页岩气平台一次增产作业消耗滑溜水 4 万方,总配液成本大约 6000 万元。

[0019] 如果将返排液处理,达到压裂滑溜水的配液用水要求,将产生的处理成本约为 975 元,处理运输成本为 1825 元(以 50 公里运输里程,单价 7.5 元/吨公里,单次装载量 20 吨计),购买自来水的成本 8700 元(自来水就近购买,30 公里以内运输成本 1200 元/车次,一车次装载 20 吨计),用处理后的返排液配制滑溜水的成本 0.3975 万元(水 975 元 + 药品 3000 元),比重新购买自来水配液产生的成本降低 1.45 万元。假设页岩气平台一次增产作业消耗滑溜水 4 万方,全部采用处理后的返排液配制滑溜水,总配液成本大约 159 万元。比直接购买自来水配液节约 5841 万元,节约成本 97.35%。

具体实施方式

[0020] 实施例 1

作为本发明的一较佳实施方式,本发明的检测分析步骤如下:

S1、现场返排液采用 100 目过滤筛滤除机械杂质后,存入储液池备用;

S2、在储液池中取返排液样品,采用原子吸收光谱法进行组分检测,返排液组分检测的项目包括: K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、总 Fe、 Sr^{2+} 、 Al^{3+} 、 NH_4^+ 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、SRB 和 COD;

S3、检测完成后,读取返排液中离子含量,离子含量控制范围分别是: $K^+ \leq 1500 \text{ mg/L}$ 、 $Ca^{2+} \leq 600 \text{ mg/L}$ 、 $Na^+ \leq 2000 \text{ mg/L}$ 、 $Mg^{2+} \leq 1000 \text{ mg/L}$ 、 $NH_4^+ \leq 600 \text{ mg/L}$ 、总 Fe $\leq 25 \text{ mg/L}$ 、 $Cl^- \leq 3000 \text{ mg/L}$ 、 $Al^{3+} \leq 30 \text{ mg/L}$ 、 $SO_4^{2-} \leq 200 \text{ mg/L}$ 、COD $\leq 300 \text{ mg/L}$,视为达标;

S4、S3 的检测完成后,再采用运动粘度计测试返排液的运动粘度,如果粘度数值大于自来水运动粘度的 110%,视为有粘度,可继续适用于压裂,直接注入容器备用;

如果粘度数值小于或等于自来水运动粘度的 110%,视为无粘度,按照清水滑溜水配制加量补充降阻剂,补充完成后,注入容器备用。

[0021] 采用本检测方法,能分析页岩气储层水力压裂后不同阶段返排液的性能,研究返排液重复使用的影响因素,以便后续工序进行处理,使处理后的返排液性能满足重复使用的要求可以极大地减少页岩气开发对水资源的消耗,实现降低成本,保护环境的双赢。

[0022] 实施例 2

作为本发明的最佳实施方式,在实施例 1 的基础上,在 S4 步骤之后还有 S5、在返排液回注地层使用之前,对容器中备用的滑溜水小样进行再次检测,检测采用对比检测方式进行,对比检测的滑溜水配方分别是:

(1) 新配置的对比用清水滑溜水:99.9 份清水或自来水 +0.1 份降阻剂;

(2) 容器中备用的返排液滑溜水:99.9 份返排液 +0.1 份降阻剂。

[0023] 在 S5 步骤之后还有 S6、S5 步骤中的两种对比滑溜水配方完成后,采用运动粘度计对滑溜水的运动粘度进行评价,如果返排液滑溜水的运动粘度不低于清水滑溜水运动粘度的 90%,且返排液滑溜水现场施工降阻率达到清水滑溜水降阻率的 60% 以上视为性能合格,可以注入地层实施压裂施工,否则,需对返排液进行再处理后才可继续使用。

[0024] 所述运动粘度计是指型号为 YDN-2 的运动粘度计。

[0025] 所述降阻剂是经四川省质量技术监督局标准备案的名称为《压裂用降阻剂(SD2-12)》,标准号为 Q/67579579—6.459—2011 的标准中所指的降阻剂,或者本领域中常用的配置滑溜水所用的降阻剂,例如专利号为 201310712341.7 所公开的降阻剂。

[0026] 所述的 SRB 具体是指硫酸盐还原菌。

[0027] 所述的 COD 具体是指化学需氧量。

[0028] 采用 S4 和 S5 步骤后,能够使用返排液滑溜水,也就实现了返排液的回收利用,返排液回用的经济效果明显,现在以配制 100 m^3 页岩气压裂滑溜水为例说明:

采用清水配制的成本约为 1.5 万(配方为 0.1% 降阻剂 +99.9% 清水,清水以目前成都自来水工业用水价格为例计算,自来水就近购买,30 公里以内运输成本 1200 元/车次);(药品 3000 元 + 水 8700 元 + 其它 3300 元)。假设页岩气平台一次增产作业消耗滑溜水 4 万方,总配液成本大约 6000 万元。

[0029] 如果将返排液处理,达到压裂滑溜水的配液用水要求,将产生的处理成本约为 975 元,处理运输成本为 1825 元(以 50 公里运输里程,单价 7.5 元/吨公里,单次装载量 20 吨计),购买自来水的成本 8700 元(自来水就近购买,30 公里以内运输成本 1200 元/车次,一车次装载 20 吨计),用处理后的返排液配制滑溜水的成本 0.3975 万元(水 975 元 + 药品 3000 元),比重新购买自来水配液产生的成本降低 1.45 万元。假设页岩气平台一次增产作业消耗滑溜水 4 万方,全部采用处理后的返排液配制滑溜水,总配液成本大约 159 万元。比直接购买自来水配液节约 5841 万元,节约成本 97.35%。