

Klaudia Wilk, Piotr Kasza, Marek Czupski  
*Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy*

## Analiza możliwości zastosowania płynów energetyzowanych do szczelinowania

Coraz większe zapotrzebowanie na ropę naftową powoduje zainteresowanie zagadnieniami stymulacji wydobywania zasobów, także tych niedających się wydobyć tradycyjnymi metodami. W związku z tym doskonalenie metod szczelinowania jest dziś jednym z najważniejszych zadań w zakresie górnictwa naftowego, również w krajowej praktyce przemysłowej, szczególnie podczas szczelinowania formacji łupkowych. W przypadku gdy użyte ciecz szczelinujące wykonane są na bazie wody, może wystąpić tzw. uszkodzenie przepuszczalności, spowodowane pęcznieniem minerałów ilastych. W poszukiwaniu alternatywnych metod szczelinowania zwrócono uwagę na wykorzystanie do tego celu cieczy energetyzowanych, jako obiecującej metody stosowanej w formacjach wrażliwych na obecność wody. Dlatego w niniejszym artykule zaprezentowano badania, które miały na celu sprawdzenie potencjalnych możliwości wykorzystania płynów na bazie azotu do zabiegów szczelinowania.

Słowa kluczowe: płyny energetyzowane, płyny szczelinujące, azot.

### Analysis of the possibility for the applicability of energized fluids for fracturing

The increasing demand for oil has caused interest in issues stimulating the extraction of resources, including those which cannot be exploited by traditional methods. Therefore, the improvement of fracturing processes is today one of the most important tasks in the field of oil production, especially when fracturing shale formations. When hydraulic fracturing is used to stimulate a well, water may block gas flow through tiny channels in the rock, causing what is called “formation damage”. In the search for alternative methods of fracturing, attention has been drawn to the use of energized fluids as a promising method of fracturing water sensitive formations. Therefore, this article presents a laboratory study aimed at examining the potential use of nitrogen-based fluids for fracturing.

Key words: energized fluids, fracturing fluids, nitrogen.

### Wstęp

Szczelinowanie hydrauliczne jest obecnie najpopularniejszą metodą stymulacji złóż gazu i ropy w formacjach łupkowych. To dzięki zastosowaniu tej techniki stało się w ogóle możliwe wydobywanie węglowodorów ze złóż niekonwencjonalnych. Szczelinowanie hydrauliczne polega na kontrolowanym wytwarzaniu szczelin w skałach zbiornikowych i macierzystych węglowodorów za pomocą wtłaczania przez odwierty do formacji znacznych ilości odpowiedniej cieczy, pod wysokim ciśnieniem. Powstałe szczeliny pozostają otwarte dzięki wprowadzeniu do nich materiału podsadzkowego, np. piasku, umożliwiając powrót zatłoczonej cieczy (a następnie recykling tzw. płynu zwrotnego) oraz wzmożony dopływ gazu lub ropy do od-

wiertu. Szczelinowanie to zabieg niezbędny do umożliwienia eksploatacji złóż węglowodorów z formacji o bardzo niskiej przepuszczalności, w których zgromadzony jest gaz zamknięty (*tight gas*), z pokładów węgla oraz łupków gazonośnych [9]. W przypadku wykorzystania cieczy szczelinujących na bazie wody może nastąpić tzw. uszkodzenie przepuszczalności, spowodowane pęcznieniem minerałów ilastych lub działaniem innych mechanizmów fizycznych i chemicznych zachodzących w szczelinowanej formacji [3]. Okazuje się, iż w wielu polskich formacjach łupkowych występują minerały ilaste, które pod wpływem tradycyjnego płynu szczelinującego (sporządzanego na bazie wody) pęcznieją i zawężają naturalne szczeliny i mikroszczeliny,

utrudniając tym samym dopływ gazu lub ropy do odwiertu. Oprócz szczelinowania hydraulicznego, które opiera się na zastosowaniu wody jako cieczy bazowej, powstały także

inne technologie szczelinowania, np. szczelinowanie bezwodne za pomocą gazu LPG (np. pentanu w formie żelu) oraz z wykorzystaniem  $N_2$  czy  $CO_2$ .

### Analiza możliwości zastosowania azotu i dwutlenku węgla w procesie szczelinowania

Płyny energetyzowane znalazły zastosowanie w wielu obszarach przemysłu naftowego, takich jak: szczelinowanie hydrauliczne, EOR itd. Płyny na bazie piany z dodatkiem polimerów wykazują znakomite właściwości m.in. stabilizacji skał złożowych, zwłaszcza w kontakcie ze skałą łupkową ulegającą destabilizacji w obecności wody. Piany są stabilną mieszaniną cieczy i gazu. W celu wytworzenia stabilnej mieszaniny używane są środki powierzchniowo czynne, które koncentrują się na powierzchni międzyfazowej gaz–ciecz i obniżają napięcie powierzchniowe na granicy faz. Środek powierzchniowo czynny stabilizuje cienki film cieczy i zapobiega łączeniu się pęcherzyków gazu. Technologia szczelinowania z użyciem cieczy energetyzowanych ma następujące zalety:

- może być stosowana w formacjach zawierających minerały ilaste,
- pozwala na oszczędność wody,
- zwiększa wydajność odwiertów po zabiegu,
- zwiększa gęstość oraz zasięg szczelin,
- zmniejsza uszkodzenia formacji,
- pozwala na szybsze oczyszczanie odwiertu po wykonaniu szczelinowania,
- daje możliwość równoczesnego podziemnego składowania – w przypadku  $CO_2$ .

Czynnikami energetyzującymi ciecz szczelinującą mogą być azot lub dwutlenek węgla. Zastosowanie tych gazów powoduje, że płyny szczelinujące mają postać piany lub płynów energetyzowanych. Najczęściej wykorzystywaną techniką jest użycie tzw. płynów szczelinujących energetyzowanych (*energized fluids*), na bazie wody z dodatkiem dwutlenku węgla lub azotu. W zależności od stężenia gazu mówimy o pianach, gdy płyn zawiera powyżej 65% gazu (wtedy jakość piany to 65% i więcej), lub o cieczach energetyzowanych, gdy dodatek gazu jest mniejszy (do 52% gazu) [1]. Niektóre źródła literaturowe w przypadku płynów energetyzowanych podają jeszcze niższą wartość azotu lub dwutlenku węgla – około 20÷30% [11]. Natomiast według [6] podział jest następujący: mgły – 95%, piany – 50÷95% gazu oraz płyny energetyzowane, zawierające 5÷50% gazu. Ze względu na niejednoznaczne określenie granicy między pianami a płynami energetyzowanymi ciecz spieniona najczęściej nazywa się pianami.

Szczelinowanie z wykorzystaniem azotu jest bezwodną albo ograniczającą zużycie wody techniką szczelinowania. Azot w tradycyjnych zabiegach znajdował pomocnicze za-

stosowanie już od lat sześćdziesiątych XX wieku. Podobnie jednak jak w przypadku dwutlenku węgla użycie azotu na szerszą skalę (podczas szczelinowania) rozpoczęło się dopiero dwie dekady później w Stanach Zjednoczonych.

Czysty azot stosowany jest rzadko i najczęściej dodaje się go do energetyzowanych cieczy lub pian. Tak jak dwutlenek węgla wymaga on transportu pod ciśnieniem oraz w niskiej temperaturze. Dopiero na miejscu wykonywania zabiegu jest on podgrzewany i rozprężany, a następnie tłoczony do odwiertu. Szczelinowanie zazwyczaj przebiega dwuetapowo – najpierw z użyciem samego azotu (60% medium szczelinującego) w celu wytworzenia siatki szczelin, a następnie z dodatkiem materiału podsadzkowego (40%).

Do głównych zalet stosowania azotu należy szybsze oczyszczanie odwiertu, a także niższe koszty pozyskania azotu, stanowiącego główny składnik powietrza atmosferycznego. Dodatkowym problemem jest konieczność użycia agregatów pompowych o wysokiej wydajności, a także trudność z transportem proppantu. Wszystko to sprawia, że metoda ta jest mało popularna i znajduje zastosowanie jedynie do płytko zalegających formacji.

Struktura piany wytworzonej przy użyciu  $CO_2$  jest podobna do uzyskanej przy udziale azotu, ale jej zdolności nośnikowe są większe niż pian azotowych. Jednak z drugiej strony piany otrzymane przy użyciu  $CO_2$  charakteryzują się większymi oporami przepływu niż piany na bazie azotu, szczególnie w etapach pompowania z dużą koncentracją podsadzki.

Podczas zabiegu szczelinowania dobra kontrola filtracji jest niezbędna do utworzenia odpowiedniej geometrii szczeliny i zapewnienia do niej transportu podsadzki. Na początku procesu szczelinowania filtracja zależy od przepuszczalności formacji. W dalszym etapie, w przypadku żelowanych płynów jednofazowych, jest ona kontrolowana poprzez wytworzenie placka filtracyjnego na ścianach szczeliny, którego przepuszczalność jest mniejsza niż przepuszczalność skały złożowej. Piany powstałe na bazie żelowanych cieczy również powodują utworzenie placka filtracyjnego na ścianach szczeliny, ale ma on mniejszą grubość niż w przypadku płynów jednofazowych, jednak mimo to dla tych pierwszych zazwyczaj filtracja jest mniejsza [8]. Dzieje się tak na skutek wnikania pęcherzyków gazu w pory skały, co hamuje ucieczkę cieczy ze szczeliny, gdyż dwufazowy przepływ przez ośrodek porowaty wymaga większej różnicy ciśnień niż jednofazowy. Dzięki tym

Tablica 1. Rodzaje systemów pianowych używanych podczas szczelinowania [6, 7]

Rodzaj piany	Główne składniki piany
Piana na bazie wody	Woda z polimerem lub bez, środek spieniający + N <sub>2</sub> Woda z dodatkiem polimeru sieciowanego, środek spieniający + N <sub>2</sub> lub CO <sub>2</sub>
Piana na bazie kwasu	Kwas i środek spieniający + N <sub>2</sub>
Piana na bazie alkoholu	Metanol/woda lub metanol i środek spieniający + N <sub>2</sub> Woda/metanol, środek spieniający + CO <sub>2</sub>
Piana na bazie CO <sub>2</sub>	Ciekły CO <sub>2</sub> + N <sub>2</sub>
Piana na bazie węglowodorów	Węglowodory, środek spieniający + N <sub>2</sub>

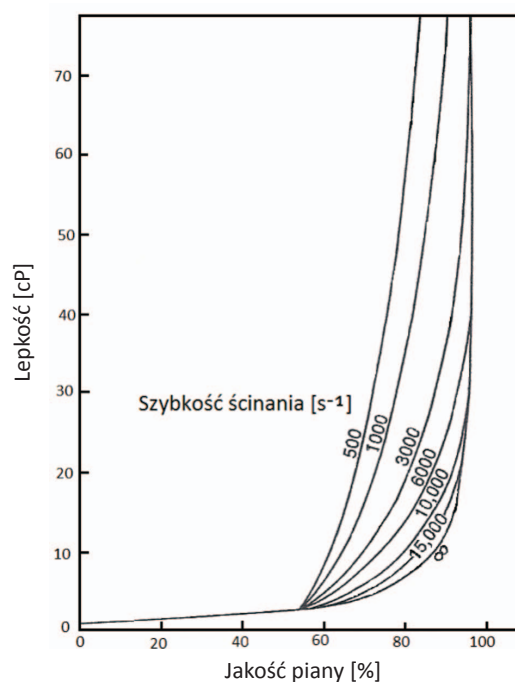
właściwościom w przypadku pian wytworzonych przy użyciu liniowego żelu możliwe jest po zabiegu szczelinowania osiągnięcie przepuszczalności matrycy skalnej otaczającej szczelinę równej około 95% przepuszczalności pierwotnej. Również uszkodzenie przewodności materiału podsadzkowego wypełniającego szczelinę przez tego typu płyn zabiegowy jest znacznie niższe i osiąga wartości pomiędzy 80% a 100% przepuszczalności bazowej. Dla pian na bazie cieczy sieciowanych uszkodzenie to jest większe, ale ciągle znacznie mniejsze niż w przypadku płynów niespionych.

Ciecze spienione są bardzo wszechstronne ze względu na niską gęstość i wysoką lepkość. Dotychczasowe badania wskazują, że lepkość pian zależy w dużym stopniu od jakości piany (frakcji gazu w całkowitej mieszaninie cieczy i gazu) oraz struktury piany (liczba pęcherzyków w mieszaninie na jednostkę objętości) [5].

Wybór odpowiedniego płynu do szczelinowania w przypadku użycia płynów energetyzowanych jest równie istotny jak podczas wyboru płynu do konwencjonalnego szczelinowania hydraulicznego. Decydując się na zastosowanie płynów energetyzowanych, mamy do wyboru wiele różnych konfiguracji. Tablica 1 przedstawia podsumowanie typów pian wykorzystywanych jako płyny szczelinujące.

Ciecze spienione zyskały popularność jako płyny do szczelinowania ze względu na szereg pożądanych właściwości, takich jak: niewielkie uszkodzenie formacji złożowej, lepszy odzysk płynu po zabiegu ze względu na „energetyzowanie płynu” gazem, mała filtracja (dobra sprawność płynu), wysoka lepkość, małe opory przepływu i dobre właściwości nośne proppantu. Technologia szczelinowania cieczami spienionymi ma też kilka wad, takich jak: niskie ciśnienie hydrostatyczne, co powoduje wysokie ciśnienia powierzchniowe, szczególnie podczas szczelinowania głębokich formacji, a także trudności w osiągnięciu wysokiej koncentracji materiału podsadzkowego; przeważnie wyższe koszty i czasami trudności technologiczno-sprzętowe. Jednak najnowsze osiągnięcia i postępy w rozwoju płynów szczelinujących na bazie pian z dodatkami poprawiającymi właściwości reologiczne pozwoliły na zastosowanie cieczy

spionych w temperaturach nawet do 300°F (149°C). Innym problemem podczas projektowania i wykonywania zabiegów szczelinowania pianami jest skomplikowany proces pompowania płynu bardzo ściśliwego, niedające się przewidzieć aspekty filtracji, transportu podsadзки, a także właściwości reologiczne płynów do szczelinowania takiego typu. Reologiczne właściwości pian nie są łatwe do oszacowania ze względu na wiele zmiennych, które należy określić. Oprócz standardowych parametrów reologicznych, temperatury i składu chemicznego, istnieją inne zmienne istotne z punktu widzenia reologii piany, w tym jej jakość i struktura, lepkość obydwu faz czy napięcie międzyfazowe. Kluczowym parametrem przy określaniu reologii piany jest jej jakość. Badania wykazały, że zwiększenie jakości piany powyżej wartości krytycznej wiązało się z wyraźnym wzrostem lepkości. Funkcjonalna zależność lepkości od jakości zależy od innych parametrów, w tym szybkości ścinania i reologii fazy ciekłej. Rysunek 1 przedstawia wpływ jakości piany



Rys. 1. Wpływ jakości piany i szybkości ścinania na lepkość cieczy spionych z dodatkiem N<sub>2</sub> [10]

i szybkości ścinania na lepkość układu podczas przepływu piany z dodatkiem  $N_2$  przez reometr rurowy [10]. Gdy jakość cieczy spienionej jest mniejsza niż 50%, można zauważyć

brak wpływu szybkości ścinania na lepkość piany, piana wykazuje zachowanie płynu newtonowskiego. Powyżej jakości 55% lepkość zaczyna być zależna od szybkości ścinania.

### Parametry określające spienione płyny do szczelinowania

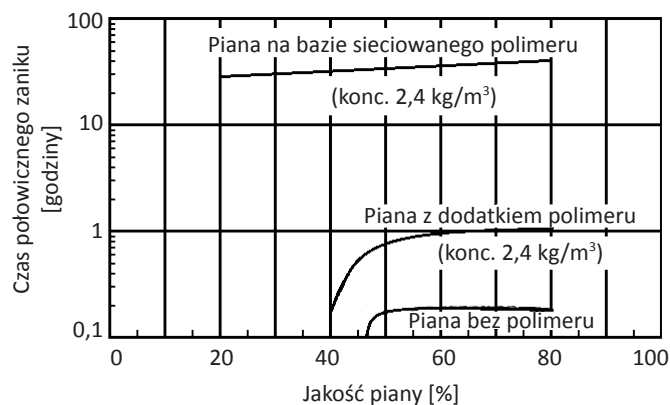
#### Jakość płynów energetyzowanych

Jednym z parametrów określających właściwości energetyzowanych cieczy szczelinujących jest jakość [4]. Dotychczasowe badania wskazują, że lepkość pian zależy bardzo mocno od jakości piany, czyli frakcji gazu w całkowitej mieszaninie cieczy i gazu. Stabilne dyspersje gazu w cieczy mogą być przygotowane dla wartości jakości mniejszych niż 52% poprzez, na przykład, zwiększenie lepkości fazy ciekłej dzięki dodatkowi polimeru. Bardziej zagęszczona faza ciągła powoduje, że trudniejsze jest wspólne poruszanie się pęcherzyków i ich łączenie. Jako stabilizatory używane mogą być: guar, hydroksypropyloguar oraz guma ksantanowa. Większą stabilność piany można osiągnąć poprzez sieciowanie polimeru. Faza ciekła jest wtedy wystarczająco lepka, aby utrzymać dyspersję pęcherzyków gazu, nawet w przypadku jakości piany mniejszej niż 40%. Podwyższenie lepkości fazy ciekłej powoduje również poprawę reologii piany i kontrolę filtracji. Koncentracje podsadzki w spienionych płynach są generalnie mniejsze niż koncentracje osiągane w zabiegach przeprowadzonych z użyciem tylko fazy wodnej.

#### Czas połowicznego zaniku piany

Kolejnym parametrem opisującym pianę jest jej stabilność (*foam stability*). To bardzo ważny parametr, bardzo istotny podczas projektowania płynów na bazie cieczy spienionych. Stabilność w tym przypadku odnosi się do zdolności piany do zachowywania powstałej tekstury i braku rozdziału wynikającego z rozpadu pęcherzyków (*bubble breakdown*) lub ich koalescencji. Czas połowicznego zaniku piany jest to czas niezbędny do tego, aby połowa cieczy użytej do jej wytworzenia wyodrębniła się z piany w warunkach ciśnienia atmosferycznego [12]. Piany o jakości 70% do 80% wytwarzane przy użyciu dobrej jakości środka spieniającego, ale bez dodatku takich stabilizatorów jak guar, HPG lub żywica ksantanowa generalnie uzyskują połowiczny czas zaniku równy 3 do 4 minut [7]. Dodatek polimeru zwiększa tę wartość do 20÷30 minut. Pomiarów połowicznego czasu zaniku są wykonywane i używane jedynie w laboratorium do jakościowego opisu stabilności piany. W szczelinie i w warunkach wysokiego ciśnienia czas połowicznego zaniku piany jest znacznie dłuższy niż zmierzony w warunkach ciśnienia atmosferycznego.

Zauważono, że zastosowanie jako bazy sieciowanego polimeru wydłuża czas połowicznego zaniku nawet w przypadku



Rys. 2. Czas połowicznego rozpadu piany vs jakość piany dla cieczy stabilizowanych i niestabilizowanych polimerem [13]

pian o niskiej jakości (od 30%). Podobnie jest z dodatkami zwiększającymi lepkość, takimi jak np. guar. W tym przypadku dodanie polimeru naturalnego powoduje stabilizację układu i czas połowicznego zaniku zostaje wydłużony w porównaniu do pian bez dodatku stabilizatora.

#### Wielkości pęcherzyków

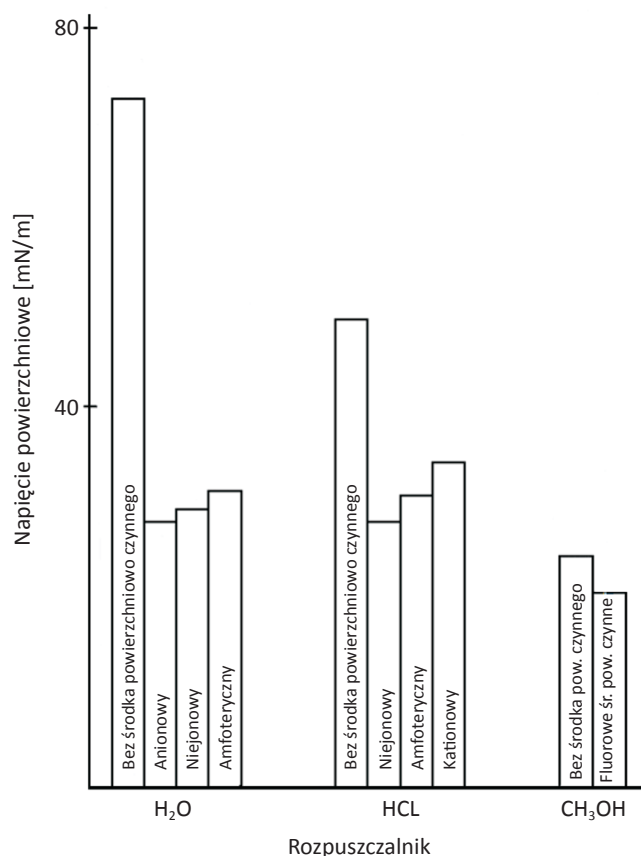
Rozmiar i rozkład pęcherzyków gazowych (*bubble size distribution, bubble shape*) to kolejny parametr opisujący jakość piany. Rozmiar pęcherzyków może być kontrolowany przez szybkość mieszania za pomocą rotora w generatorze pian oraz czas mieszania [2]. Wielkość pęcherzyków określana jest najczęściej w specjalnej komorze umożliwiającej zatrzymanie przepływu piany i pomiar pęcherzyków za pomocą kamery i programu komputerowego.

#### Struktura piany

Innym parametrem opisującym pianę jest jej struktura (*foam texture*). To bardzo istotny parametr, który zazwyczaj nie jest podawany podczas projektowania płynów na bazie pian. Struktura piany odnosi się do rozkładu pęcherzyków gazowych i ich rozmiarów. Średnica pęcherzyków w pianach do procesów szczelinowania zawiera się w przedziale 300÷1200  $\mu\text{m}$ .

Struktura piany zależy od wielu czynników, takich jak:

- jakość piany;
- ciśnienie;
- warunki przepływu;
- sposób generowania piany;
- skład chemiczny płynu.



Jednym z ważnych aspektów podczas projektowania płynu z udziałem gazu jest dodatek środka powierzchniowo czynnego. Jego rodzaj i stosowana koncentracja wpływają na strukturę i lepkość powstałej piany. Zgodnie z ogólną zależnością rozmiary pęcherzyków gazu maleją ze wzrostem stężenia środka powierzchniowo czynnego, co przekłada się na zwiększenie lepkości i stabilności piany. Ponieważ spienianie wymaga energii do tworzenia nowych powierzchni, środki powierzchniowo czynne, powodując obniżenie napięcia powierzchniowego, będą wspomagać powstawanie piany i powodować jej większą stabilność. Rysunek 3 pokazuje zmiany napięcia powierzchniowego w zależności od klasy środka powierzchniowo czynnego i stosowanych ciekłych rozpuszczalników [7].

Rys. 3. Napięcie powierzchniowe różnych klas środków powierzchniowo czynnych rozpuszczonych w wodzie, HCl i metanolu [7]

### Przygotowanie cieczy energetyzowanych

Celem niniejszej pracy było zbadanie charakterystycznych parametrów określających właściwości piany w symulowanych warunkach złożowych przy użyciu generatora pian oraz reometru rurowego. Oprócz doboru odpowiednich środków powierzchniowo czynnych oraz ich stężenia kluczowe dla scharakteryzowania stabilności płynu energetyzowanego jest określenie czasu połowicznego zaniku piany oraz pomiar wielkości pęcherzyków piany.

#### Skład cieczy technologicznych

Wybór odpowiedniego płynu do szczelinowania w przypadku użycia płynów energetyzowanych jest równie istotny jak dobór płynu do konwencjonalnego szczelinowania hydraulicznego.

Wytyczne do przygotowania kompozycji cieczy technologicznych zakładały:

- użycie płynu na bazie naturalnego polimeru liniowego,
- wykorzystanie dodatków chemicznych takich jak:
  - inhibitor osadów nieorganicznych,
  - stabilizator minerałów ilastych,
  - dodatek zmniejszający opory przepływu,
  - środek pianotwórczy,
  - środek bakteriobójczy.

Skład cieczy technologicznej zaprojektowano z wykorzystaniem zdobytej wiedzy na temat fizykochemicznych właściwości tych cieczy na podstawie następujących badań:

- badania kompatybilności i stabilności płynu,
- badania napięcia powierzchniowego,
- badania wpływu opracowanych cieczy do szczelinowania na minerały ilaste obecne w łupkach lub też w innych wytypowanych skałach (czas kapilarnej nasiąkliwości).

W celu przygotowania cieczy technologicznej wykonano szereg badań, w tym testy kompatybilności płynu niespienionego. Obserwacje kompatybilności były prowadzone przez cały czas trwania badań laboratoryjnych i sporządzania roztworów testowych. W trakcie badań nie odnotowano niekompatybilności stosowanych materiałów chemicznych w postaci wytrącania się osadów, nawet po kilku dniach.

Podczas badania napięcia powierzchniowego stwierdzono, że wszystkie testowane środki powodowały jego obniżenie w stosunku do wody destylowanej, badanej jako płyn referencyjny. Najniższe wartości napięcia powierzchniowego otrzymano dla roztworu środka C w koncentracji 2 ml/l.

Badania kapilarnej nasiąkliwości potwierdziły, że najsukcieńszym i najbardziej ekonomicznym dodatkiem, który w minimalny sposób oddziałuje na badaną skałę, jest środek D. Okazał się on skuteczny już przy stężeniu 0,2%, dlatego ten środek do inhibowania badanych skał zawierających minerały ilaste został użyty do sporządzania cieczy do szczelinowania.

Na podstawie wymienionych badań sporządzono do dalszych pomiarów cieczy szczelinujące o następującym składzie:

- ciecz 1 – woda z dodatkiem 0,3% środka pianotwórczego,
- ciecz 2 – woda z dodatkiem 0,8% środka pianotwórczego,
- ciecz 3:
  - polimer naturalny 1,2 kg/m<sup>3</sup>,
  - inhibitor minerałów ilastych 0,2% (środek D),
  - środek bakteriobójczy 0,004%,
  - mikroemulsja 0,2% (środek C),
  - inhibitor osadów nieorganicznych 0,1%,
  - środek pianotwórczy 0,3%,
- ciecz 4:
  - polimer naturalny 1,2 kg/m<sup>3</sup>,
  - inhibitor minerałów ilastych 0,2% (środek D),
  - środek bakteriobójczy 0,004%,
  - mikroemulsja 0,2% (środek C),
  - inhibitor osadów nieorganicznych 0,1%,
  - środek pianotwórczy 0,8%.

Wszystkie ciecz przygotowano były z wykorzystaniem jako bazy wody wodociągowej.

Ustalono kolejność i sposób dozowania poszczególnych komponentów cieczy. Dodawanie jej składników następowało przy nieprzerwanym mieszaniu:

- woda,
- środek bakteriobójczy,
- polimer – mieszanie około 10 min przed dodaniem następnego składnika,
- inhibitor osadów nieorganicznych,
- inhibitor minerałów ilastych,
- mikroemulsja,
- środek pianotwórczy – dodawanie powoli, bez wywołania spienienia.

**Stanowisko badawcze**

Do badań cieczy technologicznych energetyzowanych gazem wykorzystano reometr rurowy z generatorem pian (*foam loop rheometer*, rysunek 4).

Reometr pozwala na laboratoryjne pomiary parametrów cieczy technologicznych w warunkach złożowych, na pomiar stabilności wytworzonej piany o założonej wcześniej jakości, na podstawie czasu połowicznego zaniku, na ocenę jej struktury oraz właściwości reologicznych w warunkach ciśnienia i temperatury panujących w odwiercie. System umożliwia wykonywanie pomiarów w zakresie temperatury do 120°C i przy ciśnieniu do 5000 psi (34,5 MPa).

Urządzenie wyposażone jest w dwie wysokociśnieniowe pompy do wtłaczania cieczy, regulatory do kontrolowania dozowania azotu i dwutlenku węgla do układu, miernik przepływu masowego Coriolisa do określania szybkości przepływu spienianej cieczy oraz pomiaru jej reologii, a także zbierania danych. Kompleksowe dane, w tym stałe reologiczne  $n'$  i  $k'$ , gromadzone są za pomocą komputerowego systemu kontroli i monitorowania procesu pomiarowego.

Testy prowadzono w temperaturze otoczenia oraz w 90°C i przy ciśnieniu 2500 psi. Piany używane do badań zawierały oprócz odpowiedniego gazu: polimer, środek spieniający – testowany w dwóch koncentracjach, mikroemulsję, inhibitor osadów nieorganicznych, inhibitor minerałów ilastych oraz środek bakteriobójczy. Jakość płynu energetyzowanego wynosiła 50%.

Przygotowywano ciecz technologiczną w ilości 500 ml. Początkowo w wodzie rozpuszczano środek bakteriobójczy, po jego całkowitym rozpuszczeniu do miksera dodawano odpowiednią ilość polimeru. Wszystko mieszano około 10 min. Następnie stosowano kolejne dodatki w odpowiednich stężeniach, w zależności od płynu, jaki planowano testować. Tak przygotowaną ciecz umieszczano w zasobniku urządzenia i szczelnie zamykano. Po odpowietrzeniu całego układu rurek, tak żeby nie było w nich pęcherzyków powietrza, wprowadzano ciecz technologiczną z zasobnika do układu reometru. Po zakończeniu tego etapu i upewnieniu się, że cały system rurek jest wypełniony cieczą, wprowadzano do



Rys. 4. Stanowisko do badań płynów szczelinujących z dodatkiem gazów N<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> oraz system pomiarowy umieszczony w komorze grzewczej

układu gaz przy odpowiednim ciśnieniu. W tym samym czasie ustawiano należytą szybkość pracy motoru w generatorze pian. Początkowo było to  $100 \text{ s}^{-1}$ , a następnie stopniowo podnoszono szybkość ścinania do wartości  $200 \text{ s}^{-1}$  i  $300 \text{ s}^{-1}$ . Jeśli zaplanowano testy w temperaturze wyższej niż otoczenia, ustawiano odpowiednią temperaturę w komorze pomiarowej, zasobniku i rurkach reometru. Jakość piany określano na

podstawie jej gęstości, dzięki wskazaniom miernika Coriolisa. Po otrzymaniu pożądanej jakości cieczy energetyzowanej dokonywano wyboru odpowiedniej sekwencji pomiarów (czyli zmian szybkości cyrkulacji w danym przedziale czasu) i przeprowadzano pomiary właściwości reologicznych. Następnie wykonywano zdjęcia otrzymanej piany przy użyciu kamery i mierzono czas połowicznego zaniku piany.

## Pomiary właściwości płynów energetyzowanych

### Właściwości reologiczne

Ze względu na wiele możliwości zmiany parametrów badania, w tym: stosowanych dodatków i ich stężeń, temperatury, ciśnienia, jakości piany itp., skupiono się na zbadaniu wpływu koncentracji środka pianotwórczego i temperatury na stabilność piany. Dzięki zintegrowanemu i zautomatyzowanemu oprogramowaniu każdy pomiar odbywał się ze skokową zmianą szybkości cyrkulacji (szybkości ścinania) piany w rurkach reometru. Zdefiniowano następującą sekwencję badań (tablica 2).

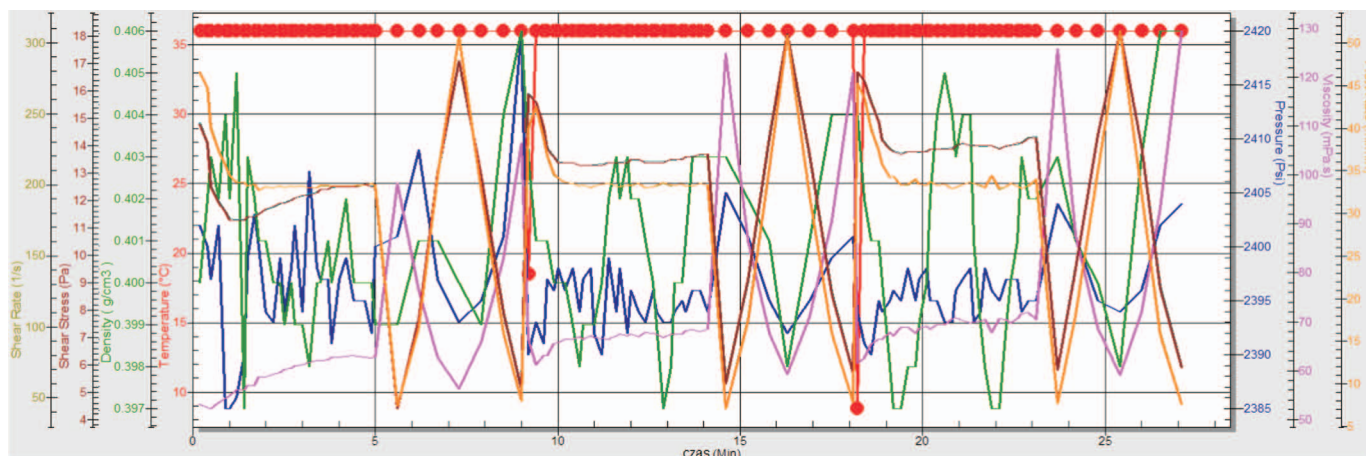
W czasie pomiaru program pozwala na tworzenie wykresów w czasie rzeczywistym. Poniżej pokazano przykładowy wykres z wyświetlonymi parametrami

takimi jak: temperatura badania – kolor czerwony (*temperature*), ciśnienie – kolor niebieski (*pressure*), szybkość ścinania – kolor jasnozielony (*shear rate*), naprężenia ścinające – kolor brązowy (*shear stress*), gęstość – kolor ciemnozielony (*density*), lepkość – kolor różowy (*viscosity*), szybkość przepływu – kolor pomarańczowy (*flow rate*).

W tablicy 3 przedstawiono właściwości reologiczne cieczy energetyzowanych na bazie płynów technologicznych z dodatkiem  $\text{N}_2$ . Właściwości reologiczne otrzymanych pian były zależne od stężenia wykorzystanego środka pianotwórczego i dodatku polimeru oraz tempera-

Tablica 2. Zmiana szybkości ścinania w zależności od szybkości cyrkulacji

Szybkość ścinania [1/s]	Czas pomiaru [s]
50	30
100	30
200	30
300	30
200	30
100	30
50	30



Rys. 5. Wykres reologii piany z dodatkiem  $\text{N}_2$

Tablica 3. Właściwości reologiczne cieczy energetyzowanych 1 i 2 z dodatkiem  $\text{N}_2$  w temperaturach  $21^\circ\text{C}$  i  $90^\circ\text{C}$

Nr	Skład płynu	Temp. [ $^\circ\text{C}$ ]	Ciśnienie [psi]	Jakość [%]	Czas [min]	$n'$ [-]	$k'$ [ $\text{lb} \cdot \text{s}^n / \text{ft}^2$ ]	Lepkość przy danej szybkości ścinania [ $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ]			
								$40 \text{ s}^{-1}$	$100 \text{ s}^{-1}$	$170 \text{ s}^{-1}$	$511 \text{ s}^{-1}$
1	Ciecz 1	21	2500	50	9	0,6052	0,001491	16,6	11,6	9,4	6,1
2	Ciecz 1	90	2500	50	9	0,3095	0,004855	14,8	9,7	6,7	3,1
3	Ciecz 2	21	2500	50	9	0,5028	0,002507	19,2	12,2	9,3	5,4
4	Ciecz 2	90	2500	50	9	0,4721	0,002133	14,6	9,0	6,8	3,8

Tablica 4. Właściwości reologiczne cieczy energetyzowanych 3 i 4 z dodatkiem N<sub>2</sub> i polimeru w temperaturach 21°C i 90°C

Nr	Skład płynu	Temp [°C]	Ciśnienie [psi]	Jakość [%]	Czas [min]	n'	k'	Lepkość przy danej szybkości ścinania [mPa · s]			
								40 s <sup>-1</sup>	100 s <sup>-1</sup>	170 s <sup>-1</sup>	511 s <sup>-1</sup>
1	Ciecz 3	21	2500	50	9	0,7184	0,002051	34,6	26,9	23,1	17,0
2	Ciecz 3	90	2500	50	9	0,5425	0,002181	19,3	12,7	10,0	6,0
3	Ciecz 4	21	2500	50	9	0,7779	0,001217	28,2	21,0	18,6	14,6
4	Ciecz 4	90	2500	50	9	0,5154	0,002712	21,7	13,9	10,8	6,3

1 psi = 6,89 kPa; 1 lbf · s<sup>n</sup>/ft<sup>2</sup> = 47,9 Pa · s<sup>n</sup>

tury. Piany uzyskane z zastosowaniem roztworu z dodatkiem środka pianotwórczego w temperaturze pokojowej – cechowały się najlepszymi właściwościami reologicznymi. Co więcej, dodanie polimeru do badanych roztworów w ilości 1,2 g/l prowadziło do systematycznego zwiększania się lepkości i stabilności piany (tablica 4). Niepewność uzyskanych wyników oszacowano na podstawie klasy dokładności użytej aparatury pomiarowej. Błąd względny dla parametru lepkość nie przekracza 1%.

#### Czas połowicznego zaniku

Czas połowicznego zaniku piany określony został po wytworzeniu piany o zadanej jakości, po etapie jej stabilizacji i wykonaniu pomiarów reologicznych (tablica 5). Jest to

Tablica 5. Pomiary czasu połowicznego zaniku dla poszczególnych płynów technologicznych z dodatkiem N<sub>2</sub>

Nr testu	Skład płynu	Temp. [°C]	Ciśnienie [psi]	Jakość piany [%]	Czas połowicznego zaniku [s]
1	Ciecz 1	21	2500	50	38,0
3	Ciecz 1	90	2500	50	10,0
5	Ciecz 2	21	2500	50	123,3
7	Ciecz 2	90	2500	50	52,7
9	Ciecz 3	21	2500	50	395,0
11	Ciecz 3	90	2500	50	69,0
13	Ciecz 4	21	2500	50	429,3
15	Ciecz 4	90	2500	50	161,5

1 psi = 6,89 kPa

czas, po którym zaobserwować można wydzielenie połowy fazy wodnej użytej do przygotowania piany. Parametr ten określano dzięki wmontowanej w układ pomiarowy komorze do obserwacji piany, z zamontowanym wziernikiem. Po wytworzeniu piany o pożądanej jakości przepływ cieczy przez reometr zostaje zatrzymany i piana jest uwięziona w komorze obserwacyjnej (warunki statyczne). Najdłuższe czasy połowicznego zaniku otrzymano dla cieczy 4 i 3 – czyli

piany ze środkiem pianotwórczym o stężeniu 8 ml/l i 3 ml/l w połączeniu z polimerem naturalnym. Uzyskano wówczas czas rozpadu piany dochodzący do kilku minut w przypadku piany o jakości 50% w temperaturze 21°C.

#### Wielkość pęcherzyków

Rozkład pęcherzyków gazowych (*bubble size distribution*), jako jeden z parametrów opisujących jakość piany, kontrolowany był za pomocą kamery, służącej do obserwacji i powiększania obrazu badanej piany oraz rejestrowania zdjęć i filmów. Dzięki specjalnej komorze umożliwiającej zatrzymanie przepływu piany dokonywano pomiaru pęcherzyków za pomocą programu komputerowego, który pozwalał na analizę wykonanego zdjęcia piany (rysunek 6).

W przypadku każdego zdjęcia wybierano losowo minimum 20 pęcherzyków i mierzono ich promień, stosując metodę trzech punktów. Dodatek stabilizatorów w postaci polimeru i środka pianotwórczego wyraźnie przesunął rozkład wielkości pęcherzyków w kierunku mniejszych wartości ich promienia.



Rys. 6. Komora z kamerą do pomiaru spienionych cieczy

#### Struktura piany

Strukturę piany analizowano za pomocą zdjęć zrobionych kamerą, biorąc pod uwagę kształt i rozmiar pęcherzyków. Struktura piany zależy od rodzaju gazu, jakości piany,



warunków przepływu, sposobu generowania piany i od stosowanych dodatków. Ciecze energetyzowane o jakości 50% charakteryzowały się równomiernymi, drobnymi pęcherzykami o kulistym kształcie, zarówno te otrzymane w temperaturze 21°C, jak i w 90°C. Pęcherzyki powstałe podczas generacji

piany w wyższej temperaturze były większe niż te uzyskane w temperaturze pokojowej. Piany z dodatkiem środka spieniającego posiadały najbardziej jednorodną strukturę, zwłaszcza te z dodatkiem 0,8% środka spieniającego. Dodatek polimeru również poprawiał strukturę piany.

### Podsumowanie i wnioski

Zabiegi hydraulicznego szczelinowania złóż niekonwencjonalnych, szczególnie tych charakteryzujących się niskimi ciśnieniami złożowymi oraz wrażliwych na kontakt z wodą, bardzo często wykonuje się z zastosowaniem pian lub cieczy energetyzowanych. Sprężony gaz (azot lub dwutlenek węgla) w pianie rozpręża się podczas odbioru płynu zabiegowego, ułatwiając usunięcie cieczy ze szczeliny. Piany przyspieszają odbiór cieczy ze złoża i podsadzonej szczeliny i dlatego są one doskonałymi płynami do użycia w złożach o niskich ciśnieniach. Również ilość fazy ciekłej jest minimalna, ponieważ płyn taki może zawierać do 95% objętościowych gazu. W przypadku płynów na bazie wody ich spienienie powoduje znaczące zmniejszenie ilości cieczy, która ma kontakt z formacją złożową [4]. Dlatego piany polecane są także w złożach szczególnie wrażliwych na kontakt z wodą. Tak więc ich zastosowanie pozwala znacznie zredukować ilość wody niezbędnej do zabiegów. Dzięki temu znacznie zmniejszają się koszty jej zakupu, transportu i odpowiedniego przygotowania oraz koszty dodatków chemicznych, a także składowania i późniejszego oczyszczania cieczy pozabiegowej.

Badania laboratoryjne przeprowadzone w ramach niniejszej pracy pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków.

1. Stężenie środka pianotwórczego oraz dodatek polimeru istotnie wpływają na parametry reologiczne otrzymanych pian.
2. Piany uzyskane z zastosowaniem roztworu z dodatkiem środka pianotwórczego oraz 1,2 g/l polimeru w temperaturze pokojowej – cechowały się najlepszymi właściwościami reologicznymi.
3. Dodanie polimeru w ilości 1,2 g/l powodowało zwiększenie stabilności piany, wydłużenie czasu połowicznego zaniku oraz zwiększenie lepkości pian w porównaniu do lepkości cieczy o tym samym składzie, ale bez dodatku polimeru.
4. Najdłuższe czasy połowicznego zaniku otrzymano dla pian ze środkiem pianotwórczym w połączeniu z polimerem naturalnym. Uzyskano wówczas czas rozpadu piany dochodzący do 7 minut dla piany o jakości 50% w temperaturze 21°C.
5. Rozkład wielkości pęcherzyków zależy od dodatków w postaci środka spieniającego i polimeru oraz od temperatury. Dodatek stabilizatorów w postaci polimeru i środka pianotwórczego wyraźnie przesunął rozkład wielkości pęcherzyków w kierunku mniejszych wartości ich promienia, od 0 do 20 µm.

Prosimy cytować jako: Nafta-Gaz 2015, nr 3, s. 139–148

Artykuł nadesłano do Redakcji 17.10.2014 r. Zatwierdzono do druku 17.11.2014 r.

Artykuł powstał na podstawie pracy statutowej pt. *Badania reologicznej charakterystyki płynów energetyzowanych w symulowanych warunkach złożowych* – praca INiG – PIB na zlecenie MNiSW; nr archiwalny DK-4100-21/14, nr zlecenia 0021/KS.

### Literatura

- [1] Air Products and Chemicals: *Enhanced Unconventional Oil and Gas Production with Nitrogen Fracturing*. 2013.
- [2] Chen Z., Ahmed R. M., Miska S. Z., Takach N. E., Yu M., Pickell M. B., Saasen A.: *Rheology Characterization of Polymer Drilling Foams using a Novel Apparatus*. Annual Transactions of the Nordic Rheology Society 2005, vol. 13, s. 111–120.
- [3] Czupski M., Kasza P., Wilk K.: *Płyny do szczelinowania złóż niekonwencjonalnych*. Nafta-Gaz 2013, nr 1, s. 42–50.
- [4] Economides M. J., Nolte K. G. (eds.): *Reservoir Stimulation*. Third Edition. Houston, TX, 2000, chapter 7.
- [5] Edrisi A. R., Kam S. I.: *A New Foam Rheology Model for Shale-Gas Foam Fracturing Applications*. SPE Canadian Unconventional Resources Conference. Calgary, Alberta, Canada, Society of Petroleum Engineers, 2012, s. 1–19.
- [6] Gandossi L.: *An overview of hydraulic fracturing and other formation stimulation technologies for shale gas production*. IPC Technical Reports, 2013, s. 7–30.
- [7] Gidley J. L., Holditch S. A., Nierode D. E., Veatch Jr. R. W.: *Recent Advances in Hydraulic Fracturing*. Monograph, vol. 12, 1989.
- [8] Harris P. C.: *Application of Foam To Minimize Damage During Fracturing*. SPE 22394, 1992, s. 1–6.
- [9] Kasza P.: *Zabiegi stymulacji wydobywania w niekonwencjonalnych złożach węglowodorów*. Nafta-Gaz 2011, nr 10, s. 697–701.
- [10] Mitchell B. J.: *Viscosity of Foam*. Ph.D. dissertation, University of Oklahoma, Norman 1970.
- [11] Montgomery C.: *Fracturing Fluid Components*. [W:] Bunger A. P., McLennan J., Jeffrey R. (eds.): *Effective and Sustainable Hydraulic Fracturing*. Intech 2013, s. 25–45.

- [12] Torabzadeh J., Langnes G. L., Robertson Jr. J. O., Yen T. F., Donaldson E. C., Chilingarian G. V.: *Gas Injection*. [W:] Donaldson E. C., Chilingarian G. V., Yen T. F. (eds.): *Enhanced Oil Recovery, II: Processes and Operations*. Elsevier Science Publishers B.V. 1989, s. 91–106.
- [13] Watkins E. K., Wendorff C. L., Ainley B. R.: *A New Cross-linked Foamed Fracturing Fluid*. SPE 12027, 1983, s. 1–9.



Mgr inż. Klaudia WILK  
Asystent w Zakładzie Stymulacji Wydobycia Węglowodorów.  
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy  
ul. Lubicz 25A  
31-503 Kraków  
E-mail: [wilkk@inig.pl](mailto:wilkk@inig.pl)



Dr inż. Piotr KASZA  
Adiunkt; kierownik Zakładu Stymulacji Wydobycia Węglowodorów.  
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy  
ul. Lubicz 25A  
31-503 Kraków  
E-mail: [piotr.kasza@inig.pl](mailto:piotr.kasza@inig.pl)



Dr inż. Marek CZUPSKI  
Adiunkt w Zakładzie Stymulacji Wydobycia Węglowodorów.  
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy  
ul. Lubicz 25A  
31-503 Kraków  
E-mail: [marek.czupski@inig.pl](mailto:marek.czupski@inig.pl)