

Сведения о ходе выполнения проекта
по теме: **«Разработка термотропных гелеобразующих и золеобразующих высоковязких композиций для повышения нефтеотдачи и технологий их применения совместно с термическими методами добычи нефти»**
в рамках реализации федеральной целевой программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы"

В ходе выполнения проекта по Соглашению о предоставлении субсидии от 05.06.2014 г. № 14.607.21.0022, уникальный идентификатор – RFMEFI60714X0022 с Минобрнауки России в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» на этапе № 2 в период с 01.01.2015 г. по 30.06.2015 г. выполнялись следующие работы:

1. Разработка лабораторных образцов термотропных гелеобразующих и золеобразующих композиций на основе полимерных систем, используемых для закачки в нефтяные пласты с целью снижения обводненности добывающих скважин и интенсификации добычи нефти в осложненных условиях эксплуатации, в том числе для месторождений высоковязких нефтей, разрабатываемых паротепловым воздействием.

2. Исследования кинетики гелеобразования и реологических характеристик гелеобразующих и золеобразующих высоковязких композиций на основе полимерных систем, определение их следующих физико-химических параметров: pH, вязкость, плотность, время гелеобразования.

3. Проведение экспериментальных исследований разработанных лабораторных образцов гелеобразующих и золеобразующих высоковязких композиций на основе полимерных систем для оценки их эффективности при заводнении и паротепловом воздействии (определение фильтрационных характеристик и коэффициента нефтевытеснения в условиях, моделирующих пластовые).

4. Разработка Программа и методики лабораторных исследований гелеобразующих и золеобразующих высоковязких композиций для технологий увеличения нефтеотдачи, интенсификации добычи нефти и ограничения водопритока, в том числе для месторождений высоковязких нефтей, разрабатываемых паротепловым воздействием.

5. Исследование пластовой микрофлоры месторождений, разрабатываемых заводнением.

6. Участие в мероприятиях, направленных на освещение и популяризацию результатов работы: участие в тематических конференциях, выставках и т.д.

7. Сбор промысловых данных, отбор проб нефти и породы, образцов используемых реагентов для разработки лабораторного регламента получения композиций на основе полимерных систем и технологической инструкции по использованию составов композиций и технологий их применения.

8. Апробация технологий увеличения нефтеотдачи, интенсификации добычи нефти и ограничения водопритока, в том числе для месторождений высоковязких нефтей, разрабатываемых паротепловым воздействием, с применением термотропных гелеобразующих и золеобразующих композиций, в соответствии с разработанной технологической инструкцией. (В зависимости от необходимости применения Индустриальным партнером разрабатываемых технологий для данных геолого-физических условий и состояния разработки месторождений).

При этом были получены следующие результаты:

1. Разработаны термотропные гелеобразующие и золеобразующие композиции на основе полимерных систем – растворов полимеров с нижней критической температурой растворения (НКТР), используемые для закачки в нефтяные пласты с целью увеличения

нефтеотдачи, снижения обводненности добывающих скважин и интенсификации добычи нефти в осложненных условиях эксплуатации, в том числе для месторождений высоковязких нефтей, разрабатываемых паротепловым воздействием. Фактором, вызывающим гелеобразование, является тепловая энергия пласта или закачиваемого теплоносителя. Растворы полимеров с НКТР способны образовывать гели (золи) непосредственно в пласте в результате обратимого фазового перехода «раствор – гель (золь)», их характерной особенностью является температурный гистерезис фазового перехода «раствор – гель (золь)». Наиболее перспективными полимерами с НКТР являются простые эфиры целлюлозы (ЭЦ), в частности, метилцеллюлоза (МЦ). Температуру и время гелеобразования композиций можно регулировать неорганическими и органическими добавками, подстраивая под конкретные пластовые условия – температуру и минерализацию воды, действие добавок аддитивно. Композиции применимы в широком интервале пластовых температур, от 30 до 300 °С, имеют высокую технологическую и экономическую эффективность, экологически безопасны.

2. Исследованы кинетика гелеобразования и реологические характеристики гелеобразующих и золеобразующих композиций на основе простого эфира целлюлозы (ЭЦ) – метилцеллюлозы (МЦ). В связи с прекращением отечественного производства МЦ марок МЦ-100, МЦ-С, проведены исследования растворов полимеров с НКТР – ЭЦ различных производителей, наиболее близких по свойствам к отечественным реагентам: МЦ водорастворимой Комбицелл МА-4М, МС 2000 55 RT, МС 1000 55 RT, МС 4000 55 RT, МС 55 HD 2000 (КНР); Кульминал МС 2000, Кульминал МС 2000S, Кульминал МС 7000 RF (фирмы Геркулес и Аквалон). По результатам исследований для приготовления термотропных гелеобразующих композиций рекомендуется метилцеллюлозы марок МС 55 RT 2000, МС 55 HD 2000 или Кульминал МС 2000, МС 2000S. Исследование кинетики гелеобразования и реологических характеристик в системе МЦ – водная фаза показали, что при достижении температуры гелеобразования (фазового перехода «раствор – гель (золь)») происходит резкое увеличение вязкости – в 5-200 раз. В области скоростей сдвига $0.5-5 \text{ с}^{-1}$ гель является твердообразным телом с вязкоупругими свойствами. Гели сохраняют свои реологические характеристики при высоких температурах – вплоть до 150-220 °С. При этом с течением времени гели упрочняются.

3. Экспериментальные исследования показали, что введением электролитов и неэлектролитов можно регулировать температуру и время гелеобразования растворов МЦ в широких пределах. Так, при добавлении 2-20 % мас. карбамида температура гелеобразования линейно увеличивается на 2-15 °С, при добавлении 3-10 % NaCl – уменьшается на 15-30 °С, при этом действие добавок аддитивно. Установлен температурный гистерезис фазового перехода «раствор – гель»: температура разжижения на 30-50 градусов ниже температуры гелеобразования.

В результате кинетических и реологических исследований определен оптимальный состав термотропных гелеобразующих композиций для снижения обводненности добывающих скважин и интенсификации добычи нефти в осложненных условиях эксплуатации, в том числе для месторождений высоковязких нефтей, разрабатываемых паротепловым воздействием, в области температур 30-220 °С: 1.0-2.0 % мас. МЦ марок МС 55 RT 2000, МС 55 HD 2000 или Кульминал МС 2000, МС 2000S, 2-20 % мас. карбамида, 0-10 % мас. натрия хлористого. Разработанные композиции имеют следующие физико-химические параметры: pH растворов – 6.4-7.0, pH зелей и гелей – 6.8-8.5; вязкость растворов – 25-100 мПа·с; вязкость зелей и гелей – 150-3900 мПа·с; при низких скоростях сдвига ($0.5-5 \text{ с}^{-1}$), под давлением – до 90000-180 000 мПа·с; плотность растворов – 1000-1080 кг/м³; время гелеобразования – от нескольких минут до нескольких суток в зависимости от температуры и состава раствора; температура замерзания – 0-минус 20 °С.

Проведены экспериментальные исследования разработанных лабораторных образцов гелеобразующих и золеобразующих высоковязких композиций на основе

полимерных систем для оценки их эффективности при заводнении и паротепловом воздействии – определение фильтрационных характеристик и коэффициента нефтевытеснения в условиях, моделирующих пластовые. При проведении исследований использовали гелеобразующие и зольобразующие составы «метилцеллюлоза (МЦ) – водная фаза» с добавлением реагентов, влияющих на температуру гелеобразования – карбамида и NaCl (композиции МЕТКА). Для проведения исследования фильтрационных характеристик и коэффициента нефтевытеснения в области температур 30-220 °С были использованы композиции МЕТКА, содержащие 1.0-2.0 % мас. МЦ, 2-20 % мас. карбамида и 0-10 % мас. NaCl. Состав композиций МЕТКА должен корректироваться с учетом температуры на забое скважины, минерализацией пластовой и закачиваемой воды, состоянием разработки и конкретной технологической задачей.

Экспериментальное исследование фильтрационных характеристик и нефтевытесняющей способности гелеобразующих составов на основе МЦ (композиций МЕТКА) применительно к условиям неоднородных пластов месторождений Западной Сибири, разрабатываемых заводнением, и пермо-карбоновой залежи высоковязкой нефти Усинского месторождения, разрабатываемой с применением паротеплового и пароциклического воздействия, показали их высокую эффективность. Установлено, что закачка оторочки композиции МЕТКА в неоднородные модели пласта с проницаемостью в пределах 0.167-9.456 мкм², в которых проницаемость параллельных колонок отличалась в 3.4-20.4 раза, приводит к перераспределению или выравниванию фильтрационных потоков, при этом резко снижается подвижность жидкости в высокопроницаемой части пласта, а в низкопроницаемой, как правило, остается на том же уровне. Перераспределение фильтрационных потоков сопровождается доотмывом остаточной нефти, особенно значительным из низкопроницаемой модели. В результате увеличивается коэффициент вытеснения нефти водой по модели в целом. Прирост коэффициента нефтевытеснения находится в пределах от 3 до 21 %, при этом достигаются высокие абсолютные коэффициенты нефтевытеснения. Композиции МЕТКА можно рекомендовать для регулирования фильтрационных потоков пластовых флюидов высоко неоднородных коллекторов, ограничения водопритока, увеличения охвата пласта заводнением или паротепловым воздействием на залежи высоковязкой нефти как на ранней, так и на поздней стадии разработки.

4. Разработана Программа и методика лабораторных исследований гелеобразующих и зольобразующих высоковязких композиций МЕТКА на основе полимера с нижней критической температурой растворения – метилцеллюлозы и карбамида для технологий увеличения нефтеотдачи, интенсификации добычи нефти и ограничения водопритока, в том числе для месторождений высоковязких нефтей, разрабатываемых паротепловым воздействием. Программа содержит в себе общие требования к условиям, обеспечению и проведению испытаний, требования по безопасности, требования к режимам испытаний, отчетности, а также методику испытаний по десяти пунктам, в соответствии с требованиями пункта 4.1 Технического задания. Также к Программе прилагаются Перечень ссылочных материалов и Перечень необходимого оборудования.

5. Исследована пластовая микрофлора пермо-карбоновой залежи Усинского месторождения, разрабатываемого заводнением. Физико-химические и микробиологические исследования проводили для проб пластовых флюидов, отобранных из скважин Усинского месторождения нижнего, среднего и верхнего объектов. Всего исследовано 173 пробы, из них 56 проб пластовой воды и нефти, отобранных из скважин до применения технологий повышения нефтеотдачи пластов с применением зольобразующих и гелеобразующих композиций. Проведено более 200 микробиологических и 350 физико-химических анализов пластовых флюидов.

Карбонатный коллектор Усинского месторождения с низким водообменном, высоким содержанием Na⁺, Ca⁺⁺, Mg⁺⁺ и Cl⁻ в пластовой воде, неоднородной

проницаемостью пластов, химической характеристикой нефти с высоким содержанием смол, серы и асфальтенов, содержит разнообразную, но немногочисленную, микробную популяцию, приспособленную к данным условиям. Увеличение численности пластовой микрофлоры при внесении раствора композиции, содержащего азотистые субстраты, стимулирует их ферментативную активность в процессах биодеструкции углеводородов нефти с накоплением метаболитов, увеличивающих вытеснение нефти. Методом хроматографии определен коэффициент окисленности алканов, который в варианте со стимулированной микрофлорой в 27 раз больше, чем без ее стимуляции. Методом хроматомасс-спектроскопии выявлено, что наибольшей биодеструкции подверглись n-алканы, алкилбензолы, метил- и диметилпроизводные нафталинов и фенантронов.

Применение технологии с использованием гелеобразующей полимерной композиции МЕТКА привело к увеличению минерализации пластовой воды от 8.4 до 23 г/дм³ и численности гетеротрофной микрофлоры от 0.4 до 1.6 млн клеток/см³. Число клеток СВБ – 0.45, ДНБ – 0.3 тыс. клеток/см³. На участке применения технологии увеличения нефтеотдачи с использованием неорганической золеобразующей композиции ГАЛКА-НТ базовый отбор проб показал: минерализация пластовой воды большинства скважин определена в интервале 57-82 г/дм³, рН 6.8-7.7, значения Eh – от +55 до – 240 мВ, гетеротрофная микрофлора – 0.1-3.0 тыс. клеток/см³. После обработки скважин значение рН понизилось до 6.5-6.9, максимальная численность гетеротрофов составила 1.8, СВБ – 0.05-0.25 тыс. клеток/см³.

6. Проведены мероприятия, направленные на освещение и популяризацию результатов работы. Участие в форумах и выставках: форуме «Первый казахстанский международный нефтегазовый форум KGF 2015»; 1-й выставке-ярмарке «Петербургская техническая ярмарка 2015», по результатам которой получен диплом и золотая медаль; 16-ой специализированной выставке-конгрессе «Нефть. Газ. Геология. ТЭК-2015» (г. Томск); выставке III международного форума технологического развития «Технопром-2015» (г. Новосибирск). Проведена популяризация результатов работы в статье промышленно-экономического журнала «Реальный сектор» № 4 (77) / 2015 «Молодая гвардия», с.18-20. Также результаты работ отражены в статьях, опубликованных в профильных журналах: «Нефть и газ», «Нефть. Газ. Новации», «Нефтегазовая вертикаль».

По результатам выполненной работы оформлена заявка на патент: Изобретение заявка № 2015108521 от 11.03.2015 «Состав для повышения нефтеотдачи пластов и способ его приготовления», РФ. Проведены дополнительные патентные исследования.

7. За счет внебюджетных средств проведен отбор и анализ образцов реагентов, необходимых для разработки лабораторного регламента получения композиций на основе полимерных систем и технологической инструкции по их применению для увеличения нефтеотдачи при заводнении и паротепловом воздействии. Установлено, что все исследованные реагенты соответствуют стандартам и паспорту качества и безопасности (SDS). Произведен сбор промысловых данных на участках пермо-карбоновой залежи высоковязкой нефти Усинского месторождения, разрабатываемых на естественном режиме и паротепловым воздействием, перспективных для применения разработанных композиций. Отобраны и доставлены в г. Томск 173 образца нефтей и пластовых вод из 76 скважин Усинского месторождения, производится физико-химический и микробиологический анализ указанных образцов.

8. Проведена апробация технологий увеличения нефтеотдачи, интенсификации добычи нефти и ограничения водопритока с применением термотропных гелеобразующих и золеобразующих композиций на пермокарбоновой залежи высоковязкой нефти Усинского месторождения, в том числе на участке ПТВ-3, разрабатываемом паротепловым и пароциклическим воздействием. Произведена закачка полимерной гелеобразующей композиции МЕТКА в 5 добывающих скважин для ограничения водопритока, блокирования прорыва воды на участке площадной закачки пара ПТВ-3, разрабатываемом паротепловым воздействием, в добывающих скважинах,

гидродинамически связанные с паронагнетательными, подтвердившая эффективность композиции и технологий при паротепловом воздействии. Успешность обработок 80 %. Дополнительно добытая нефть составила на апрель 2015 года 6328 т, в среднем по 1266 т на скважино-обработку. Максимальное зафиксированное абсолютное снижение обводненности 39 %, с 97 % до обработки до 58 % после. Среднее снижение обводненности по 5 скважинам 24 %. По успешным скважинам эффект продолжается, текущая зафиксированная длительность эффекта обработки 10 месяцев. Средняя эффективность композиции МЕТКА, в пересчете на тонну дополнительно добытой нефти на тонну готовой композиции, составила 19 т/т.

Предложенные в результате выполнения проекта по этапам №№ 1 и 2 термотропные композиции на основе неорганических и полимерных систем, образующие непосредственно в пласте гель или золь, имеют следующие характеристики: применимость в широком интервале пластовых температур (20-320 °С); низкие температуры застывания, применимы в зимних условиях в северных регионах; гомогенность и высокую проникающую способность, применимы в низкопроницаемых коллекторах нефти; устойчивость – сохраняют свои вязкостные характеристики обладают термоокислительной устойчивостью в высоко минерализованных пластовых водах, до 300 г/дм³; широкий диапазон использования: для пластов с полимиктовыми, карбонатными и др. коллекторами, различной структуры и проницаемости, в том числе для низкопроницаемых, высоконеоднородных, трещиноватых пластов, разрабатываемых заводнением или паротепловым воздействием.

Принципиальная научная новизна заключается в использовании для повышения эффективности заводнения и комплексного паротеплового и физико-химического воздействия внутрипластовой термотропной генерации гелей и золь с авторегулируемой вязкостью на основе неорганических и полимерных систем, а также в технологических решениях проекта – совместном использовании термотропных композиций, генерирующих в пласте подвижные зольные и неподвижные гелевые экраны для увеличения охвата и повышения нефтеотдачи при заводнении и паротепловом воздействии, и комплексе технологических вариантов закачки композиций: градиентной и покомпонентной закачке, реагентоциклики.

Полученные результаты соответствуют критической технологии «Технологии поиска, разведки, разработки месторождений полезных ископаемых и их добычи» и техническим требованиям к выполняемому проекту. Полученные результаты соответствуют мировому уровню. Целесообразно продолжение работ по проекту для достижения заявленных в проекте целей.

Комиссия Минобрнауки России признала обязательства по Соглашению на отчетном этапе исполненными надлежащим образом.