

**А.М. Кунакова, Р.О. Олехнович, О.В. Клим,  
П.Г. Мурахтанова, М.В. Успенская**

# **ЖИДКОСТИ ДЛЯ ГЛУШЕНИЯ НЕФТЯНЫХ СКВАЖИН**



Санкт-Петербург  
2021

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

**А.М. Кунакова, Р.О. Олехнович, О.В. Клим,  
П.Г. Мурахтанова, М.В. Успенская**

# **ЖИДКОСТИ ДЛЯ ГЛУШЕНИЯ НЕФТЯНЫХ СКВАЖИН**

Учебное пособие

РЕКОМЕНДОВАНО К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В УНИВЕРСИТЕТЕ ИТМО  
по направлению подготовки 18.04.02 «Энерго- и ресурсосберегающие  
процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии» в  
качестве учебного пособия для реализации основных профессиональных  
образовательных программ высшего образования магистратуры

 УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Санкт-Петербург  
2021

Жидкости для глушения нефтяных скважин / А.М. Кунакова, Р.О. Олехнович, О.В. Клим, П.Г. Мурахтанова, М.В. Успенская М.В. – СПб: Университет ИТМО, 2020. – 42 с.

Рецензент(ы):

Ишевский Александр Леонидович, доктор технических наук, профессор, доцент (квалификационная категория "ординарный доцент") факультета биотехнологий, Университета ИТМО.

В данном учебном пособии изложены теоретические основы свойств жидкостей глушения, применяемых при ремонтах нефтяных скважин. В пособии представлены методики проведения лабораторных исследований свойств жидкостей глушения. Учебное пособие предназначено для магистрантов обучающихся по направлению подготовки 18.04.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии»



**Университет ИТМО** – ведущий вуз России в области информационных и фотонных технологий, один из немногих российских вузов, получивших в 2009 году статус национального исследовательского университета. С 2013 года Университет ИТМО – участник программы повышения конкурентоспособности российских университетов среди ведущих мировых научно-образовательных центров, известной как проект «5 в 100». Цель Университета ИТМО – становление исследовательского университета мирового уровня, предпринимательского по типу, ориентированного на интернационализацию всех направлений деятельности.

© Университет ИТМО, 2020

© Кунакова А.М., 2020

© Олехнович Р.О., 2020

© Клим О.В., 2020

© Мурахтанова П.Г., 2020

© Успенская М.В., 2020

## Оглавление

Введение.....	4
1. Вязкость.....	5
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 «Определение вязкости жидкостей глушения» .....	8
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 «Вискозиметрический метод определения массы полимера» .....	11
2. Плотность.....	13
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 «Определение плотности жидкости глушения» .....	15
3. Термостабильность, окисляемость и деструкция .....	18
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 «Определение термостабильности».....	18
4. Пластовая вода и ее совместимость с технологическими жидкостями	19
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 «Определение совместимости жидкостей глушения и пластовой воды» .....	20
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 «Приготовление модельных растворов пластовой воды» .....	20
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7 «Определение расходной нормы минеральных солей для жидкостей глушения» .....	22
6. Определение размеров частиц и дисперсность.....	24
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 «Определение количества взвешенных частиц» .....	29
Лабораторная работа № 10 «Определение размера частиц в суспензии методом лазерной дифракции» .....	35
Список рекомендуемой литературы.....	39

## Введение

Технологический процесс создания противодавления на пласт, в результате которого прекращается добыча пластового флюида, называется глушением скважин. Он необходим для осуществления текущего и капитального ремонта.

В процессе ремонтных работ значительная роль отведена жидкостям глушения скважин (ЖГ). При выборе ЖГ специалистами учитываются горно-геологические и технические условия работы скважин для предупреждения различных осложнений – поглощения ЖГ продуктивным пластом, коррозионного разрушения подземного оборудования, снижения продуктивности скважин после ремонтных работ и др.

При воздействии технологических жидкостей на коллектор его естественная проницаемость снижается за счет внутрискважинной коагуляции, влияния на смачиваемость пород и т. д. По этой причине одним из наиболее важных факторов, которому следует уделить внимание при выборе ЖГ, является сохранение фильтрационно-емкостных свойств продуктивного пласта.

Таким образом, можно выделить некоторые основные требования к ЖГ:

- ✓ она должна быть нетоксичной, негорючей, морозостойкой, термостойкой, химически инертной к горным породам;
- ✓ она должна легко готовиться и быть совместимой с пластовыми флюидами;
- ✓ она должна обладать плотностью, обеспечивающей в забое давление, превышающее пластовое;
- ✓ концентрация диспергированных частиц не должна быть больше 30 мг/л;
- ✓ она не должна образовывать стойких водно-нефтяных эмульсий 1 и 2 рода;
- ✓ она должна обладать низкой коррозионной активностью ( $V_{кор} < 0,12$  мм/год)
- ✓ она должна ингибировать набухание частиц породы при любом значении водородного показателя пластовой воды;
- ✓ и т.д.

Жидкости для глушения нефтяных скважин принято делить на две группы: на водной основе и углеводородной. К первой группе относят пластовые и пресные воды, прямые эмульсии, растворы минеральных солей, гидрогели, глинистые растворы и др. Вторую группу составляют известково-битумные растворы, товарная нефть, обратные эмульсии.

К отдельной группе относят жидкости глушения на основе полимеров, которые образуют гели со стабильными структурно-реологическими свойствами. Помимо синтетических высокомолекулярных соединений

(ПАА, гипан, метас), широко распространено сырье растительного происхождения: крахмал, целлюлоза, альгинат, гуаровая смола и др. Разработка жидкостей глушения на их основе является перспективной.

В основе подбора ЖГ лежат физико-химические свойства и характеристики составляющих их компонентов – плотность, вязкость, размер частиц, совместимость с пластовыми флюидами и др.

Учебное пособие рекомендовано к использованию студентам, изучающим дисциплины «Основы нефтегазового дела» и «Нефтепромысловая химия» по образовательной программе «Биоэкономика и управление ресурсами», реализуемой в рамках направления подготовки 18.04.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии».

Учебное пособие построено следующим образом: каждой лабораторной работе или группе лабораторных работ по соответствующей теме предшествуют краткие теоретические положения. Далее студентам предлагается освоить различные методики определения того или иного параметра ЖГ. Для закрепления материала после изучения и выполнения лабораторных работ рекомендуется ответить на контрольные вопросы по теме. В результате выполнения лабораторных работ обучающиеся получают практические навыки определения различных эксплуатационных характеристик ЖГ в зависимости от их природы и компонентного состава, а использование современного специализированного оборудования, применяемого в ходе выполнения работ позволит максимально приблизить лабораторные условия к условиям реальных объектов, тем самым более полно развить профессиональные компетенции в области нефтедобычи и методов анализа, а также подготовить студентов к самостоятельной профессиональной деятельности.

## 1. Вязкость

Всем реальным газам и жидкостям в той или иной степени присуща вязкость (внутреннее трение). Жидкости без трения (идеальной) как таковой в реальном мире не существует [1].

Определение **вязкости** можно сформулировать как «свойство тела оказывать сопротивление относительному смещению его слоев». Иначе говоря, движение, возникшее в жидкости или газе, постепенно прекращается после прекращения воздействия извне. Это свойство и называют **динамической** (абсолютной) **вязкостью** ( $\mu$ ) [2]. В системе СИ вязкость измеряется в  $[Н \cdot с / м^2]$ ; также ее выражают в  $[Па \cdot с]$ . **Кинематическая вязкость** ( $\nu$ ) определяется как отношение динамической вязкости жидкости к ее плотности при одинаковой температуре и измеряется в  $[м^2 / с]$ . Условная вязкость – это время истечения заданного объема раствора через вертикальную трубку с определенным диаметром.

Этот показатель косвенным путем характеризует гидравлическое сопротивление. Измеряется в градусах Энглера [3-5].

Для определения вязкости пользуются соотношением Пуазейля (в случае ламинарного течения вязкой несжимаемой жидкости):

$$V = \frac{\pi r^4 \Delta p t}{8 \eta l}$$

где:  $l$  – длина капилляра

$\Delta p$  – разность давлений на концах капилляра

$\eta$  – вязкость жидкости

$V$  – объем жидкости

$t$  – время течения жидкости

$r$  – радиус капилляра

Расчетная формула выглядит следующим образом:

$$\eta = \eta^0 * \frac{t}{t^0} * \frac{\rho}{\rho^0}$$

где:  $\eta^0, \eta$  – вязкости эталонной жидкости и исследуемой соответственно

$t^0, t$  – время истечения эталонной жидкости и исследуемой соответственно

$\rho^0, \rho$  – плотность эталонной жидкости и исследуемой соответственно

Измерение вязкости проводят, пользуясь специальными приборами – капиллярными вискозиметрами (Оствальда) (рисунок 1) [6]. Вискозиметр – это не что иное, как стеклянная трубка U-образной формы с капилляром и широким коленом. Выглядит он следующим образом:

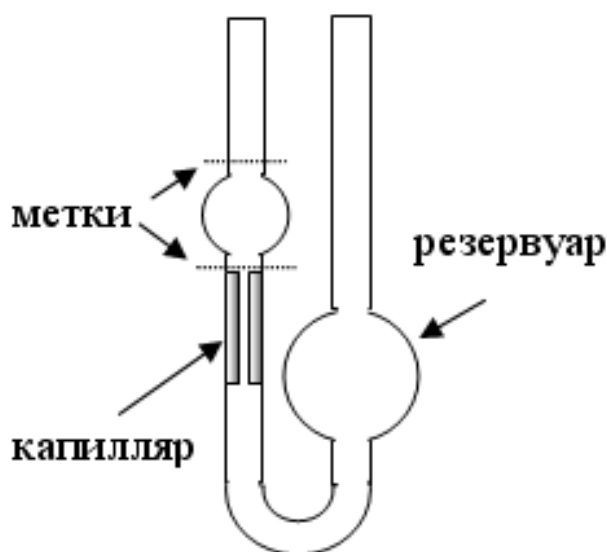


Рисунок 1. Схема капиллярного вискозиметра

Динамическую вязкость жидкости определяют на **ротационном вискозиметре Брукфильда** (рисунок 2). Принцип его работы основан на измерении крутящего момента ротора, который создается исследуемым образцом.



Рисунок 2. Ротационный вискозиметр DV1M фирмы Brookfield

**Вискозиметр Гепплера** определяет вязкость образца, измеряя время, за которое шарик под собственным весом упадет на дно прибора, проходя через наклоненную под определенным углом трубку, заполненную жидкостью [7].



Рисунок 3. Вискозиметр Гепплера с падающим шариком KF30 фирмы Brookfield



## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 «Определение вязкости жидкостей глушения»

**Цель работы** - освоить методику определения вязкости жидкостей глушения с помощью капиллярного вискозиметра. Научиться определять вязкость жидкостей на реометре MCR 502 Anton Paar.

Методика выполнения опыта соответствует стандарту ГОСТ 33768-2015.

### Оборудование и реактивы

1. Химическая посуда
2. Дистиллированная вода
3. Капиллярный вискозиметр
4. Термостат
5. Секундомер

### Порядок выполнения работы

Наполните широкое колено капиллярного вискозиметра 5-8 мл дистиллированной воды и поместите вискозиметр в сосуд, соединенный с термостатом. Включите термостат и дождитесь достижения нужной температуры. С помощью груши через узкое колено наберите воду в емкость (шарик) вискозиметра до уровня на 2-3 мм выше верхней метки. Снимите грушу и пережмите отверстие трубки рукой так, чтобы вода не успела спуститься ниже верхней метки. Подготовьте секундомер. Аккуратно разжимая руку, дайте возможность воде стекать в низ вискозиметра и включите секундомер в момент прохождения мениска через верхнюю метку [8-9]. Остановите замер времени в момент, когда мениск пройдет через нижнюю метку. Снимите показания. Повторите описанный выше опыт не менее пяти раз. Расхождения между показателями времени истечения не должны различаться более, чем на 1 секунду. Повторите опыт для исследуемых жидкостей. Результаты измерений и вычислений для исследуемой жидкости заносят в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты измерений

№ Опыта	Плотность воды $\rho^0$ , кг/м <sup>3</sup>	Плотность жидкости $\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	t <sup>0</sup> , с	t, с	$\eta^0$ , Па·с	$\eta$ , Па·с	$\Delta\eta$ , Па·с	$\varepsilon$ , %
1								
2								
3								
...								
$\bar{x}$								
$\Delta x$								
E, %								

Плотности  $\rho^0$  и  $\rho$ , а также вязкость воды  $\eta^0$  при температуре опыта необходимо взять из справочных таблиц.

### Оценка погрешности измерений

Расчет *среднего арифметического значения* ( $\bar{x}$ ) измеряемой величины рассчитывается по формуле (1):

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

где  $n$  – число измерений,  $x_1, x_2, \dots, x_n$  – результаты измерений величины  $x$  получен ряд ее значений.

*Средняя абсолютная погрешность* ( $\Delta x$ ) измерения рассчитывается по формуле (2):

$$\Delta x = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta x_i \quad (2)$$

где  $n$  – число измерений,  $\Delta x_i$  – *абсолютная погрешность*  $i$ -го измерения и рассчитывается согласно формуле (3):

$$\Delta x_i = |\bar{x} - x_i| \quad (3)$$

таким образом:

$$\Delta x = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta x_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |\bar{x} - x_i| \quad (4)$$

Одновременно следует указать относительную ошибку измерений:

$$E = \frac{\Delta x}{\bar{x}} \cdot 100\% \quad (5)$$

Следует также подчеркнуть следующее. Если вычисленная погрешность  $\Delta x$  меньше абсолютной погрешности прибора или если выполняется только одно измерение, то в качестве средней абсолютной погрешности  $\Delta x$  принимается собственная погрешность прибора, равная половине цены наименьшего деления или вычисленная в соответствии с классом точности прибора.



Рисунок 4. Modular Compact Rheometer 502 Anton Paar

#### Определение вязкости на реометре MCR 502 Anton Paar (рисунок 4)

1. Ознакомьтесь с инструкцией по технике безопасности, выданной преподавателем
2. Для запуска прибора включите его. После этого дождитесь его загрузки, на это требуется около минуты. Прибор готов, когда на первой строчке экрана показывается "Status: O.K."
3. Загрузите ваш компьютер и операционную систему, затем запустите программное обеспечение реометра.
4. Затем потребуется инициализировать прибор при помощи программного обеспечения, чтобы установить связь. Во время инициализации измерительная головка переместится в верхнее положение, чтобы проверить работу датчика зазора. Ротор выполнит несколько оборотов на высокой скорости для проверки работы датчика положения. ***Не касайтесь измерительной головки во время ее движения!***
5. Дайте оборудованию достичь комнатной температуры, или убедитесь, что вы достаточно защищены, перед контактом с любой из частей. Измерительная система, образец или части аксессуаров могут иметь температуру намного выше или ниже комнатной.
6. Для систем с цилиндрической геометрией перейдите в положение измерения и дождитесь температурного равновесия. Для систем, в которых нулевой зазор необходим для запуска, выполните процедуру настройки нулевого зазора и перейдите на положение измерения после завершения процедуры. Дождитесь температурного равновесия и повторите установку нулевого зазора.
7. Настройте параметры измерения, как описано в инструкции к программному обеспечению.
8. Поднимите вверх головку инструмента и загрузите образец.
9. Дождитесь температурного равновесия и начинайте измерение.

10. После измерения отключите измерительную систему и поднимите головку инструмента.
11. Удалите образец и очистите как верхнюю, так и нижнюю измерительную систему.
12. Снова установите измерительную систему для следующего измерения.

### **Контрольные вопросы**

1. Что такое вязкость?
2. Перечислите виды вязкости
3. Приведите соотношение Пуазейля
4. Какие существуют виды вискозиметров?
5. Что происходит с вязкостью при нагревании жидкости?
6. Какую жидкость называют идеальной?
7. Дайте определение неньютоновской жидкости.
8. Как рассчитать динамическую вязкость жидкости, зная ее кинематическую вязкость?
9. Опишите методику определения вязкости капиллярным вискозиметром.
10. Сжимаемость – это свойство жидкости...

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2**

### **«Вискозиметрический метод определения массы полимера»**

**Цель работы** - определить молекулярную массу полимера (желатина) вискозиметрическим методом.

### **Оборудование и реактивы**

1. Капиллярный вискозиметр Оствальда или Уббелоде
2. Стеклянный фильтр
3. Пипетка
4. Колбы емкостью 25 мл
5. Резиновая груша
6. Секундомер
7. Термостат
8. Раствор полимера (желатина)
9. Растворитель

### **Порядок выполнения работы**

Наполните широкое колено капиллярного вискозиметра 10 мл растворителя и поместите вискозиметр в сосуд, соединенный с термостатом. Включите термостат и дождитесь достижения нужной

температуры. С помощью груши через узкое колено наберите растворитель в емкость (шарик) вискозиметра до уровня на 2-3 мм выше верхней метки. Снимите грушу и пережмите отверстие трубки рукой так, чтобы растворитель не успел спуститься ниже верхней метки. Подготовьте секундомер. Аккуратно разжимая руку, дайте возможность растворителю стекать в низ вискозиметра и включите секундомер в момент прохождения мениска растворителя через верхнюю метку. Остановите замер времени в момент, когда мениск пройдет через нижнюю метку. Снимите показания. Повторите описанный выше опыт не менее пяти раз и возьмите среднее значение, согласно формуле, представленной в описании к лабораторной работе №1 [10].

После определения времени истечения чистого растворителя  $t_{0 \text{ нач}}$ , слейте его. Используйте грушу для выдувания остатков растворителя из капилляра.

Внесите в сухой вискозиметр 10 мл раствора полимера определенной концентрации и установите его в термостат. Дождитесь требуемой температуры и измерьте время истечения раствора полимера  $t_1$  по описанной выше методике.

Необходимо подобрать концентрации раствора полимера так, чтобы  $1,1 < \eta_{\text{отн}} < 1,5$ . Далее измерьте время истечения растворов полимера пяти различных концентраций. Тщательно промойте растворителем капилляр и широкое колено вискозиметра и определите время истечения растворителя  $t_{0 \text{ кон}}$ . Результаты измерений внесите в таблицу 2.

### Обработка полученных результатов:

Заполните таблицы 2 и 3.

Таблица 2 – Время истечения растворов желатина

№ Опыта	$C_0$ (чистый растворитель)	$C_1$ , г/100 мл	$C_2$ , г/100 мл	$C_3$ , г/100 мл	$C_4$ , г/100 мл	$C_5$ , г/100 мл	$C_0$ (чистый растворитель)
1	$t_{\text{нач}}$	$t_1$	$t_2$	$t_3$	$t_4$	$t_5$	$t_{\text{кон}}$
2							
3							
...							
$\bar{t}$							
$\Delta t$							
$E, \%$							

На основании данных таблицы 2 рассчитайте относительную, удельную приведенную вязкость, логарифмическую приведенную вязкость и внесите результаты в таблицу 3.

Таблица 3 – Вязкость растворов желатина

С, г/100 мл	$\bar{t}$ , с	$\eta_{отн.}$	$\eta_{уд.}$	$\eta_{уд}/C$	$\ln \eta_{отн.}/C$

На основании полученных результатов постройте зависимости  $\eta_{уд}/C$  и  $\ln \eta_{отн.}/C$  от концентрации раствора желатина. Значение ( $\eta$ ) получают экстраполяцией прямых к нулевой концентрации.

После определения ( $\eta$ ) рассчитайте молекулярную массу полимера по формуле Марка-Хувинка:

$$\eta = KM^a.$$

Значения констант необходимо взять из справочника.

### Контрольные вопросы

1. Дайте определения полимера, мономера, степени полимеризации, молекулярной массы.
2. Приведите классификации полимеров.
3. Какими механическими свойствами характеризуются полимеры?
4. Какие различают молекулярные массы полимеров?
5. Каким образом определяют вязкость разбавленных растворов полимеров?
6. Приведите формулу Марка-Хувинка для расчета молекулярной массы полимера.
7. Для какой цели жидкости глушения готовят на полимерной основе?
8. Сравните достоинства и недостатки использования жидкостей глушения на полимерной основе с ЖГ на основе растворов неорганических солей.

## 2. Плотность

**Абсолютной** плотностью вещества ( $\rho$ ) называют отношение его массы к занимаемому объему.

За **относительную** плотность принимают отношение абсолютной плотности жидкости к плотности дистиллированной воды при 4 °С. В системе СИ плотность измеряется в [кг/м<sup>3</sup>]. Для измерения плотности веществ существуют специальные приборы – плотномеры. Они бывают как ручными, так и автоматическими. По принципу действия они подразделяются на поплавковые, массовые, гидростатические, радиоизотопные, вибрационные, ультразвуковые [11-13].



Рисунок 5. Вибрационный плотномер ВИП-2МР фирмы TERMEX

Для определения плотности различных жидкостей (нефть, нефтепродукты, буровые растворы, жидкости глушения и др.) в лабораторных условиях применяют, главным образом, пикнометры и ареометры известного объема методом гидростатического взвешивания. Выбор конкретного метода зависит от вязкости жидкости и требований к точности определения, см. рис. 5 и рис.6.

Плотность жидкостей при помощи ареометра проводят по ГОСТ 18995.1-73. В основе техники определения относительной плотности жидкостей ареометрами (денсиметрами) лежит закон Архимеда.



Рисунок 6. Жидкостные пикнометры

Ареометр (рисунок 7) относительно прост в устройстве и использовании. Он представляет собой стеклянную трубку, заполненную специальным балластом в ее нижней части. Именно балласт позволяет ареометру оставаться в вертикальном положении. Снятие показаний производят по шкале, нанесенной на верхнюю часть трубки [14].

Шкалы ареометров градуируются в зависимости от их назначения – в единицах плотности для обычных жидкостных ареометров, в процентах растворенного вещества для измерения содержания вещества в двухкомпонентном растворе.



Рисунок 7. Ареометры

### ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 «Определение плотности жидкости глушения»

**Цель работы** - освоить методику определения плотности жидкостей глушения с помощью пикнометра и ареометра [15].

Определение плотности жидкости пикнометром

#### Оборудование и реактивы

1. Пикнометр стеклянный типа ПЖ-2
2. Воронка
3. Пипетка вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup>.
4. Термометр
5. Термостат
6. Бумага фильтровальная лабораторная
7. Вода дистиллированная
8. Двухромово-кислый калий
9. Серная кислота
10. Смесь хромовая. Готовят следующим образом: 5 г двухромовокислого калия растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды и прибавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты
11. Эфир этиловый
12. Спирт этиловый ректификованный, высший сорт
13. Серный эфир или ацетон
14. Весы лабораторные



### Подготовка к испытанию

Перед проведением эксперимента пикнометр необходимо промыть последовательно растворителем, хромовой смесью, водой, спиртом и эфиром. Затем пикнометр высушивают струей воздуха, после чего взвешивают в граммах с точностью до четвертого знака после запятой.

**Внимание! Не допускается высушивать пикнометр нагреванием!**

### Порядок выполнения работы

Поместите воронку в горлышко пикнометра и заполните его дистиллированной водой немного выше метки. Закройте пикнометр пробкой. Выдержите пикнометр в термостате при температуре 20 °С. Затем при этой же температуре доведите уровень воды в пикнометре до метки, пользуясь пипеткой или фильтровальной бумагой.

Снова закройте пробкой пикнометр и термостатируйте 10 минут при той же температуре. При необходимости доведите уровень воды до метки еще раз. Выньте пикнометр из термостата и вытрите досуха мягкой тканью. Затем взвесьте пикнометр в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

Освободите пикнометр от воды, затем высушите и промойте его последовательно спиртом и эфиром. Далее необходимо заполнить пикнометр испытуемым реагентом и провести операции по описанной выше последовательности.

При этом для прозрачных и светлоокрашенных жидкостей уровень устанавливают по нижнему краю мениска, для непрозрачных и темных - по верхнему краю мениска. В последнем случае уровень воды в пикнометре также устанавливают по верхнему краю мениска.

### Обработка полученных результатов

Вычислите относительную плотность испытуемого реагента при 20°С, по формуле:

$$\rho^{20} = \frac{m^1 - m^0 + A}{m^2 - m^0 + A}$$

где:  $m^1$  - масса пикнометра с испытуемым реагентом, г;

$m^0$  - масса пустого пикнометра, г;

$m^2$  - масса пикнометра с водой, г;

$A$  - поправка на аэростатические силы, вычисляемая по формуле:

$$A = 0.0012 * V$$

где: 0,0012 - плотность воздуха при 20°С, г/см<sup>3</sup>;

$V$  - объем пикнометра.

Плотность испытуемого реагента при 20°C в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле:

$$\rho^{20}20 = \frac{m^1 - m^0 + A}{m^2 - m^0 + A} 0,9982$$

где: 0,9982 - плотность воды при 20°C, г/см<sup>3</sup>.

Определение плотности жидкости глушения ареометром

### **Оборудование и реактивы**

1. Ареометр
2. Термометр
3. Термостат
4. Цилиндр стеклянный для ареометра

### **Порядок выполнения работы**

В сухой чистый цилиндр поместите испытуемый реагент так, чтобы его уровень не доходил до верхнего края на 3-4 см. Далее необходимо термостатировать реагент в термостате до температуры 20 °С. После достижения установленной температуры аккуратно опустите чистый сухой ареометр в цилиндр. Не выпускайте его из рук до тех пор, пока он не станет плавать, не касаясь стенок цилиндра.

После прекращения колебаний ареометра в цилиндре снимите показания по нижнему краю мениска. При отсчете глаз должен находиться на уровне соответствующего края мениска. Измерение необходимо провести не менее 5 раз для определения среднего арифметического значения плотности, а также погрешности измерения, по формулам представленным в описании лабораторной работы № 1.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать:

- 1 кг/м<sup>3</sup> (0,001 г/см<sup>3</sup>) для ареометров с ценой деления 1 кг/м<sup>3</sup> (0,001 г/см<sup>3</sup>);
- 0,5 кг/м<sup>3</sup> (0,0005 г/см<sup>3</sup>) для ареометров с ценой деления 0,5 кг/м<sup>3</sup> (0,0005 г/см<sup>3</sup>).

### **Контрольные вопросы**

1. Что такое абсолютная плотность вещества?
2. Дайте определение относительной плотности жидкости.
3. В чем заключается сущность метода определения плотности жидкости пикнометром?
4. Каким еще способом можно измерить плотность жидкости?

5. Какой закон лежит в основе техники определения плотности ареометром?
6. Какие еще существуют плотномеры?
7. Какая существует зависимость плотности от температуры?
8. В каких единицах измерения выражают плотность нефти?

### **3. Термостабильность, окисляемость и деструкция**

**Термическая стабильность** – это способность веществ и материалов сохранять свои физические свойства и химическое строение неизменными при изменении температуры [16].

**Окисляемостью** называют свойство веществ, выражающееся в единицах количества кислорода, расходуемого на окисление.

Для полимеров, входящих в состав некоторых ЖГ, характерны для реакции **деструкции**. Они приводят к разрыву химической связи в макромолекулах. Степень полимеризации и молекулярная масса полимера в таком случае могут уменьшиться, что приводит к изменению свойств их растворов. Различают химическую и физическую деструкцию [17].

Не менее важным параметром для реагента или жидкости является его внешний вид, который определяют визуально в проходящем свете в пробирке из бесцветного стекла, диаметром 16-20 мм, высотой наполнения 30-40 мм. Определяют цвет жидкости, однородность, наличие расслаиваний на фазы, содержание включений, взвешенных и осевших на дно пробирки посторонних примесей, частиц.

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 «Определение термостабильности»**

**Цель работы** - изучить методику определения термической стабильности жидкости глушения/товарной формы реагента.

#### **Оборудование и реактивы**

1. Химическая посуда
2. Термошкаф
3. Жидкость глушения (товарная форма реагента)

#### **Порядок выполнения работы**

Предварительно наполните емкость жидкостью глушения и плотно закройте ее. Поместите емкость в термошкаф и установите требуемую пластовую температуру. Выдержите пробу в течение 72 часов.

Оцените термостабильность жидкости визуально в проходящем свете. Обратите внимание на цвет, прозрачность, содержание взвесей и частиц, а также наличие расслаиваний на фазы [18].

### **Контрольные вопросы**

1. Дайте определение термической стабильности вещества.
2. Что такое окисляемость?
3. Что приводит к разрыву химических связей в макромолекулах?
4. В чем заключается сущность метода определения термической стабильности?
5. На какие параметры обращают внимание при оценке внешнего вида реагентов и растворов?
6. По какой причине необходимо оценивать физико-химические свойства технологических жидкостей (жидкости глушения, буровые растворы, реагенты)?

## **4. Пластовая вода и ее совместимость с технологическими жидкостями**

Пластовые воды при добыче нефти извлекаются попутно с ней на поверхность. Их компонентный состав зависит как от химической природы, так и от геологического возраста горных пород и формируется, как правило, при значительном воздействии на воду нефти и газа, что приводит к широкому разнообразию ее химических свойств. Так минеральный состав пластовых вод разных месторождений или даже в пределах одного может значительно различаться [19-21].

В процессе бурения и глушения скважин образование отложений солей вызывают, в основном, несовместимые друг с другом жидкости. Технологические жидкости, применяемые при бурении и глушении, взаимодействуют с пластовыми флюидами (пластовая вода и нефть). Такое взаимодействие может привести к блокированию пор пласта солевыми отложениями и, вследствие этого, снижению проницаемости пласта.

Таким образом, чтобы обеспечить защиту пласта от повреждений, следует провести следующие мероприятия:

1. Обеспечить совместимость жидкой фазы жидкостей глушения с коллектором путем исключения выпадения осадка, вызванного взаимодействием с пластовой водой, эмульгирования, вызванного взаимодействием с нефтью, и образования пузырьков.
2. Больше внимания следует уделять резервуарам со значительной чувствительностью к воде, соли или щелочи.
3. Оценить степень влияния жидкости на смачиваемость пласта.

Лабораторные опыты по оценке совместимости пластовых вод с технологическими жидкостями, применяемыми на промысле, основаны на составлении смесей ТЖ с пластовыми водами (или их модельными растворами) в различных соотношениях. Затем проводят анализ исходных растворов и полученных смесей.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5**

### **«Определение совместимости жидкостей глушения и пластовой воды»**

**Цель работы** – оценить совместимость жидкостей глушения и пластовой воды

#### **Оборудование и реактивы**

1. Емкости для смешения
2. Термостат
3. Химические стаканы
4. Мерные цилиндры

#### **Порядок выполнения работы**

Оценка совместимости жидкости глушения и пластовой воды (при пластовой температуре) заключается в смешении пластовой воды с жидкостями глушения в различных соотношениях: 1/9, 5/5 и 9/1. Слянку с полученной пробой герметично закрыть и тщательно перемешать. Подготовить контрольные образцы – в две отдельные испытательные склянки поместить 50 см<sup>3</sup> пробы пластовой воды и 50 см<sup>3</sup> исследуемой ТЖ. Слянки с пробами плотно закрыть.

В течение первых 30-ти минут визуально оценить наличие помутнения, образование осадка, расслоение во всех испытательных склянках, в том числе, контрольных образцах. Затем, все испытательные склянки термостатировать в течение 3-х суток при пластовой температуре.

После проведения термостатирования испытательные склянки охладить до комнатной температуры. Состояние проб оценить визуально на наличие осадка и помутнения.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6**

### **«Приготовление модельных растворов пластовой воды»**

**Цель работы** – овладеть навыками приготовления модельных растворов пластовых вод

### **Оборудование и реактивы**

1. Емкости для смешения
2. Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.
3. Кальций хлористый (безводный)  $\text{CaCl}_2$
4. Магний хлористый (6-водный)  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
5. Натрий хлористый  $\text{NaCl}$
6. Натрий двууглекислый  $\text{NaHCO}_3$

### **Порядок выполнения работы**

На дистиллированной воде готовят отдельно растворы А и Б (в качестве примера приведен состав модельной промышленной воды (МПВ) одного из месторождений в России).

Раствор А: навески солей 4,076 г  $\text{CaCl}_2$  кальция хлористого (безводного); 0,468 г  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  магния хлористого (6-водного) и 13,73 г  $\text{NaCl}$  натрия хлористого количественно переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в воде, доводят объем раствора до метки и перемешивают.

Раствор Б: навески солей 1,616 г  $\text{NaHCO}_3$  натрия двууглекислого и 13,73 г  $\text{NaCl}$  натрия хлористого количественно переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в воде, доводят объем раствора до метки и перемешивают.

**Примечание:** Каждая соль должна быть растворена отдельно в стаканчике, и только затем ее раствор в указанной последовательности сливается в мерную колбу. Иначе раствор может быть мутным и будет наблюдаться выпадение осадка [22].

Малые количества нерастворенных материалов могут остаться после одного растворения указанных реагентов. Для обеспечения сходимости результатов все четыре приготовленных раствора обязательно должны быть отфильтрованы на воронке с фильтром «синяя лента».

Далее растворы А и Б смешивают и получают готовую модель пластовой воды.

### **Контрольные вопросы:**

1. Какие компоненты включает в себя пластовая вода.
2. По какой причине необходимо оценивать совместимость жидкостей глушения и пластовой воды?
3. Дайте определение минерализации пластовой воды.
4. Какие различают пластовые воды по типу растворенных в ней солей?
5. Опишите методику приготовления модельных растворов пластовых вод.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7**

### **«Определение расходной нормы минеральных солей для жидкостей глушения»**

**Цель работы** – определить необходимый массовый расход минеральных солей для приготовления жидкостей глушения.

#### **Оборудование и реактивы**

1. Вода дистиллированная
2. Колба коническая
3. Цилиндр мерный
4. Стаканчик для взвешивания
5. Ареометр стеклянный
6. Термометр
7. Весы лабораторные
8. Мешалка магнитная

#### **Подготовка измерений**

В пустую, сухую коническую колбу поместите  $(200 \pm 5)$  г дистиллированной воды. В эту же колбу поместите  $(20 \pm 2)$  г соли. Взвешивать воду и соли требуется с точностью до 0,05 г.

Второй раствор готовят аналогично, по описанной выше процедуре, используя  $(200 \pm 5)$  г дистиллированной воды и  $(30 \pm 5)$  г соли.

Приготовить третий раствор по описанной выше методике, используя  $(200 \pm 5)$  г дистиллированной воды и  $(50 \pm 15)$  г соли.

Полностью растворите соль и доведите температуру содержимого колб до  $(20 \pm 0,5)$  °С.

Если растворы получаются мутные – следует их отстоять или отфильтровать взвесь.

#### **Приготовление насыщенного раствора соли**

В колбу налейте  $(200 \pm 20)$  г дистиллированной воды и добавьте избыточное количество соли.

Доведите температуру содержимого колбы до 30-50 °С и растворите соль в воде, поместив колбу на магнитную мешалку. Если соль полностью растворилась добавьте еще 5-10 г соли. На дне колбы при этом должно находиться 5-10 г не растворившейся соли.

После 30 минут перемешивания нагретого раствора с избытком соли охладите раствор до  $(20 \pm 0,5)$  °С при постоянном перемешивании. Раствор декантируйте.

### Порядок выполнения работы

Измерьте плотности растворов ареометром. Сначала необходимо наполнить колбу с крышкой раствором в объеме 150-200 см<sup>3</sup> и термостатировать при температуре 20 °С в течение 15 минут. Затем перелить раствор в стеклянный цилиндр.

Проверить чистоту поверхности ареометра и при необходимости вытереть бумажной салфеткой. Далее погрузите ареометр в цилиндр. После прекращения колебаний ареометра снимите показания со шкалы.

Рассчитайте расход соли ( $R_i$ , кг/м<sup>3</sup>) для приготовления трех недонасыщенных растворов по формуле:

$$R_i = \frac{m_{ci} \cdot \rho_i}{m_{ci} + m_{Bi}}$$

где:  $\rho_i$  – измеренная ареометром плотность  $i$ -го раствора, кг/м<sup>3</sup>;

$m_{ci}$  – масса соли для приготовления  $i$ -го раствора с плотностью  $\rho_i$ , г;

$m_{Bi}$  – масса воды, взятая для приготовления  $i$ -го раствора с плотностью  $\rho_i$ , г.

Уравнение растворимости соли ( $R_i$ ) рассчитывается методом наименьших квадратов. При этом строят диаграмму в координатах:

по оси абсцисс (х) – плотность  $i$ -го раствора в кг/м<sup>3</sup>,

по оси ординат (у) – расход соли ( $R_i$ ) для приготовления  $i$ -го раствора с плотностью  $\rho_i$  в кг/м<sup>3</sup>;

$$R_i = a \cdot \rho_i + b$$

где:  $R_i$  – расход соли, для приготовления  $i$ -го раствора;

$\rho_i$  – плотность  $i$ -го раствора, кг/м<sup>3</sup>;

$a$  и  $b$  – коэффициенты линейной регрессии.

Содержание соли в насыщенном растворе ( $R_{нас.}$ ) определяют расчетным методом по уравнению линейной регрессии, подставляя в него плотность насыщенного раствора.

$$R_{нас} = a \cdot \rho_{нас} + b$$

где:  $R_{нас}$  – количество соли, для приготовления насыщенного раствора;

$\rho_{нас}$  – плотность насыщенного раствора, кг/м<sup>3</sup>;

$a$  и  $b$  – коэффициенты линейной регрессии, определенные выше.



## 6. Определение размеров частиц и дисперсность

Одной из важных задач исследования дискретной среды является определение доли и размеров частиц, из которых она состоит.

Частицы имеют размеры по трем измерениям, и только частицы сферической формы могут быть описаны только одним числом:

$$\text{масса} = \frac{4}{3} \pi r^3 \cdot \rho$$

Под **дисперсностью** понимают физическую величину, которая описывает размер частиц в дисперсных системах и указывает число частиц, укладывающееся в 1 м<sup>3</sup>.

Таким образом, чем меньше размер частиц, тем больше дисперсность!

**Дисперсная система** представляет собой гетерогенную структуру, состоящую из двух и более фаз, которые химически не реагируют друг с другом [23]. В простейшем случае двухфазной системы, например суспензии глины в воде, дисперсная фаза (глина) распределена в дисперсионной среде, второй фазе, дистиллированной воде.

Условно дисперсные системы делят на грубо дисперсные, для которых размер частиц выше 1 мкм, и тонкодисперсные, для которых размер частиц меньше этой величины.

Основные методы определения размеров частиц, применяемым в настоящее время, представлены в Таблице 1.

Таблица 1 – Основные методы определения размеров частиц

№№	Название метода	Диапазон измеряемых частиц
1	Седиментационный анализ	0,1 – 100 мкм
2	Ситовой анализ	> 50 мкм
3	Оптическая микроскопия	1 – 100 мкм
4	Электронная микроскопия	0,005 – 5 мкм
5	Светорассеяние	5 – 100 нм

Чаще всего полученные результаты дисперсионного анализа представляются в виде интегральных и/или дифференциальных кривых.

Интегральная кривая распределения частиц по размерам представляет собой функцию  $Q = f(r)$ , представляющую собой зависимость процентного содержания фракций  $Q_1, Q_2, Q_3$  и т.д. от радиуса исследуемых частиц, см. рис. 8.

Однако наиболее явное представление о фракционном составе дисперсной системы дает дифференциальная кривая распределения частиц, которая представляет собой функцию  $\Delta Q/\Delta r = f(r)$ , представленную на рис. 9. Основными статистическими характеристиками дифференциальных кривых для описания распределения частиц по размерам являются медиана, мода и среднее значение [24].

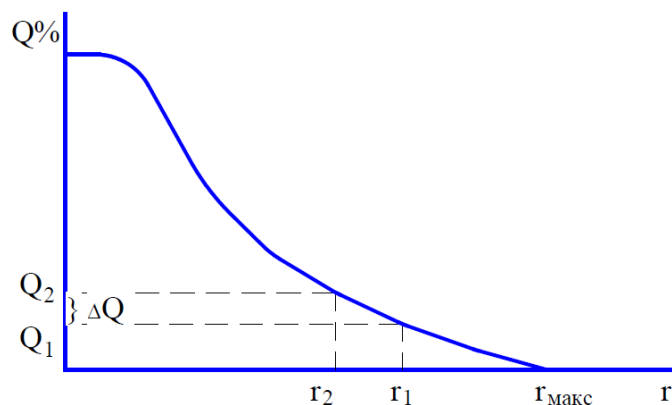


Рисунок 8. Возможный вид интегральной кривой

**Медиана** представляет значение размера частиц, которое разделяет все распределение на две равные части, т.е. точку на дифференциальной кривой, от которой слева и справа находится по 50% распределения частиц.

**Мода** представляет собой значение размера частиц, которое в исследуемой дисперсной системе имеет наибольшее количество, т.е. точку максимума на дифференциальной кривой.

**Среднее значение** представляет собой средний размер частиц как результат усредненных данных.

Если мы рассматриваем нормальное распределение частиц по Гауссу, то в этом случае значения медианы, моды и среднего будут совпадать, см. рис. 9 а. На рис. 9б представлена дифференциальная кривая при бимодальном распределении частиц. При этом четко выделяются две моды, а частицы с размером, равным среднему, отсутствуют, медиана сдвинута вправо. Таким образом, чаще всего для полидисперсных систем наблюдается различие в значениях основных статистических характеристик.

Анализируя те или иные дисперсные системы, важно помнить, что, используя различные методы анализа размеров частиц, результаты будут отличаться, поскольку в основе измерений лежат различные физические характеристики (максимальная или минимальная длина, площадь и объем поверхности и т.д.). На практике допустимо сравнивать результаты измерений только в тех случаях, когда один и тот же материал анализируется одним и тем же методом. А эталоном сравнения может служить между различными методами только частица в форме сферы.

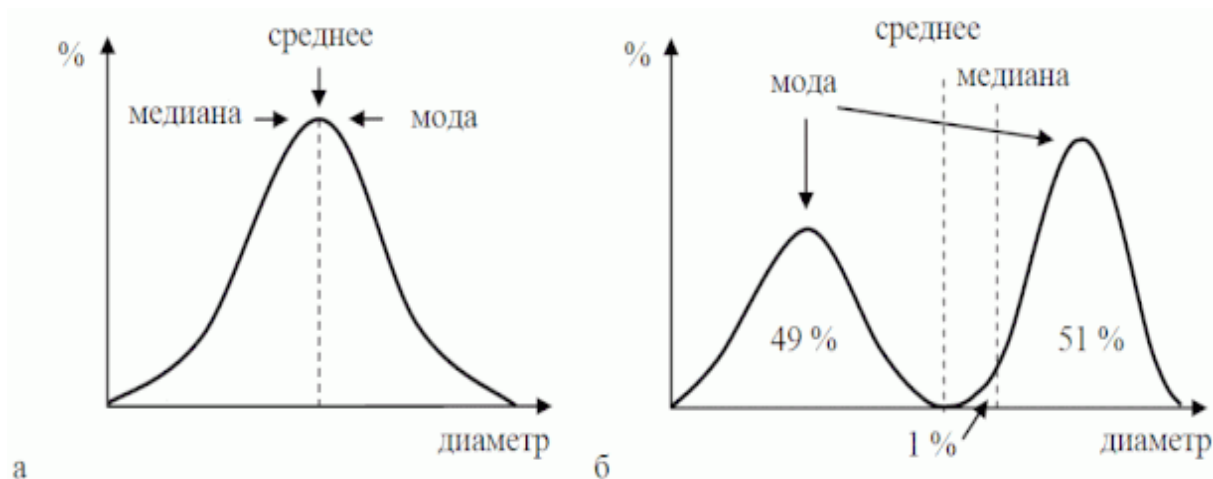


Рисунок 9 – Основные статистические характеристики при нормальном или гауссовом распределении (а) и бимодальном распределении (б) частиц по размерам [25]

К наиболее часто используемым методам анализа размера частиц можно отнести следующие.

### Ситовой анализ

Являясь одним из самых известных, дешевых, используемых для грубодисперсных систем и широко применяемым методом определения размеров частиц, ситовой анализ имеет ряд существенных недостатков: невозможно исследовать эмульсии, дисперсные системы, где в качестве дисперсионной среды выступает газ. Метод не обладает высокой разрешающей способностью, а также возникают сложности при анализе агломерирующихся и малоустойчивых систем [26].

Существенную роль на результаты исследований оказывают время просеивания и форма частиц.

### Оптическая и электронная микроскопия

Методы микроскопии дают возможность определять реальные, а не эффективные размеры частиц и их форму. Позволяют оценить степень агрегирования и коалесценции, а также равномерности распределения частиц в объеме материала.

Методы микроскопии являются достаточно точными, а встречающиеся ошибки, прежде всего, связаны с неправильном пробоотбором или пробоподготовкой.

С другой стороны, метод электронной спектроскопии является достаточно дорогостоящим, сложным и медленным методом для определения распределения частиц в дисперсной фазе по размерам, поэтому он не используется для проведения рутинных анализов.

## **Лазерная дифракция**

Метод лазерной дифракции, основанный на регистрации интенсивности рассеянного света, становится приоритетным методом дисперсионного анализа систем в настоящее время во многих отраслях промышленности, благодаря высокой точности и воспроизводимости результатов, простоте управления и скорости эксперимента, широкому диапазону (от 0,02 до 2000 мкм), возможности анализа в жидких и сухих средах и т.д.

При этом в дисперсионном анализе в зависимости от характеристик исследуемых частиц используются две теории:

Теория Фраунгофера; основана на дифракции, не требует знания оптических свойств исследуемого материала; применяется до нижнего микронного диапазона (крупных частиц);

Теория Густава Ми; представляет собой решение уравнений Максвелла для рассеяния электромагнитных волн на частицах сферической формы, учитывающая не только рассеяние света вперед, но и назад (угол рассеяния более  $90^\circ$ ); используется для частиц, диаметр которых незначительно больше длины волны падающего луча (маленьких частиц). Для применения этой теории необходимо знать оптические характеристики исследуемых материалов, в частности, коэффициент преломления и абсорбции.

Чаще всего в современных приборах используются обе теории, которые можно выбирать в программном обеспечении, однако, в старых приборах дисперсионный анализ осуществляется только на основании теории Фраунгофера, которая имеет ряд существенных недостатков, рассматривая только крупные частицы, являющиеся непрозрачными и рассеивающие свет с одинаковой интенсивностью и т.д.

## **Седиментационный анализ**

Метод седиментационного анализа, основанный на определении различий в скорости оседания частиц различных размеров в жидкой среде под действием силы тяжести, является традиционным и широко используемым методом дисперсного анализа в различных областях промышленности, благодаря простоте, времени проведения эксперимента и возможности рутинного анализа.

Если дисперсная среда имеет равномерное распределение по всему объему исследуемой дисперсной системы, то можно говорить о седиментационной устойчивости системы в целом, следовательно, для сферической частицы, находящейся в жидкой среде, сила тяжести равна силе трения, по закону Стокса, поверхности частиц при медленном движении и неограниченно вязкой жидкой среды:

$$F = 6\pi \cdot \eta \cdot r \cdot v, \quad (1)$$

где  $F$  – сила трения, Н;

$\eta$  – динамическая вязкость среды, Па · с;

$r$  – радиус частицы, м;

$v$  – скорость оседания частицы в жидкости, м / с.

Тогда в состоянии равновесия можно написать:

$$6\pi \cdot \eta \cdot r \cdot v = (4/3) \pi \cdot r^3 \cdot (\rho - \rho_1) \cdot g, \quad (2)$$

получая размер частицы, м:

$$r = \sqrt{9 \eta \cdot v / 2 g \cdot (\rho - \rho_1)}. \quad (3)$$

где  $g$  – ускорение свободного падения, м / с<sup>2</sup>;

$\rho$  – плотность вещества частицы, кг / м<sup>3</sup>;

$\rho_1$  – плотность жидкой среды, кг / м<sup>3</sup>.

Объединив все неизменные параметры в одну величину - константу Стокса  $K$ , получаем следующее уравнение:

$$r = K \sqrt{v} \quad (4)$$

Седиментационный анализ имеет ряд существенных недостатков. Так, метод не применим для эмульсий или суспензий, обладающих высокой вязкостью раствора или состоящих из веществ различной плотности. Также закон Стокса не учитывает частицы, имеющие неправильную форму, а только сферическую, и исключается из рассмотрения процесс столкновения частиц друг с другом и стенками сосуда.

Кроме этого, чаще всего, продолжительность анализа составляет до 1 ч, что может привести к явлению агломерации частиц и невозможности повторного эксперимента. Большое внимание уделяется термостатированию системы, поскольку изменение температуры сказывается как на реологических характеристиках системы, так и кинетической стабильности изучаемой дисперсной системы [27].

Применимость закона Стокса ограничена диапазоном исследуемых частиц дисперсной фазы 2 – 50 мкм: ниже этого диапазона преобладает броуновское движение частиц, а выше – турбулентное оседание, что также приводит к некорректным результатам.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8

### «Определение количества взвешенных частиц»

**Цель работы** – определить долю механических примесей в растворе с помощью гравиметрического метода.

#### **Оборудование и реактивы**

1. Весы аналитические.
2. Насос вакуумный.
3. Сушильный шкаф.
4. Колбы мерные на 50, 100 мл.
5. Пипетки вместимостью 1, 2, 5 см<sup>3</sup>.
6. Цилиндры мерные стеклянные на 100 мл.
7. Воронки делительные вместимостью 500, 1000 мл.
8. Воронка Бюхнера вместимостью 500, 1000 мл.
9. Колба Бунзена вместимостью 500 мл.
10. Промывалка.
11. Трубка резиновая диаметром 8 мм.
12. Хлороформ.
13. Ацетон.
14. Дистиллированная вода.
15. Фильтры бумажные «синяя лента» или фильтровальная бумага.

#### **Порядок выполнения работы**

Поместите бумажный фильтр «синяя лента» в бюкс и выдержите его в сушильном шкафу в течение 2-х часов при температуре 105° С для высушивания его от впитанной влаги. Бюкс закройте крышкой и охладите в эксикаторе в течение 30 минут. Затем взвесьте его с точностью до 0,0004 г.

Профильтруйте исследуемую жидкость через бумажный фильтр на воронке Бюхнера и промойте дистиллированной водой. Не вынимая из воронки, фильтр с осадком необходимо поместить в сушильный шкаф и выдержать в течение 30 минут при температуре 60°С.

Высушите фильтр с осадком на воздухе и перенесите в бюкс, в котором проводили взвешивание пустого бумажного фильтра. Затем поместите бюкс в сушильный шкаф и выдержите его до постоянной массы при температуре 105°С. Взвесьте бюкс на аналитических весах.

#### **Обработка полученных результатов**

Содержание механических примесей ( $X$ ) в миллиграммах на литр вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{V}, \text{ мг / дм}^3$$

где:  $m_1$  - масса бюкса с фильтром и осадком, мг;  
 $m_2$  - масса бюкса с фильтром без осадка, мг;  
 $V$  - объем пробы воды, взятый на анализ, мл.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9 «Определение размеров дисперсных частиц»

**Цель работы** – определить распределение частиц по размерам и определить процентное содержание фракций различного состава.

### Оборудование и реактивы

1. Торсионные весы, см. рисунок 9.
2. Секундомер.
3. Дисперсная система, например, суспензия глины или другая полидисперсная система.
4. Стеклопалочка для перемешивания суспензии.

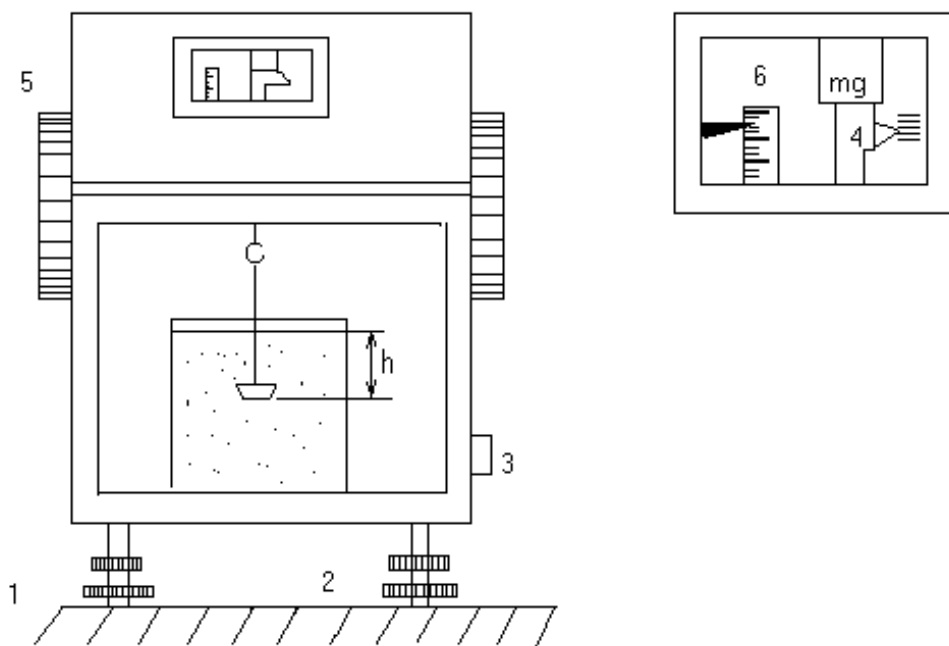


Рисунок 10. Торсионные весы с чашечкой

### Порядок выполнения работы

Установить торсионные весы горизонтально поверхности с помощью опорных винтов 1 и 2, представленных на рис. 10. Далее налить в химический стакан дистиллированную воду и погрузить в нее чашечку.

Освободить коромысло весов, повернув на  $180^\circ$  арретир 3. Далее вращать ручку 5, до тех пор, пока подвижная стрелка 4 не достигнет красной черты указателя равновесия. Определить массу чашечки в дистиллированной воде, используя шкалу слева 6.

Используя линейку, определить параметр  $h$ , обозначающий глубину погружения чашечки, и закрепить коромысло весов арретиром 3.

Далее необходимо приготовить дисперсную систему. Для этого, например, 2 г порошка глины всыпаем в химический стакан с 100 мл дистиллированной воды и размешиваем стеклянной палочкой в течении 1-3 мин.

Другие варианты приготовления дисперсной системы уточнять у лаборанта!

**Примечание:** следующие действия делаем внимательно: погружаем чашечку весов в приготовленный химический стакан с дисперсной средой, одновременно освобождаем коромысло весов 3 и включаем секундомер!

В зависимости от типа приготовленной дисперсной системы и скорости оседания частиц время первого отсчета находится в промежутке от 5 до 30 с. Поскольку в начальный период проведения эксперимента скорость седиментации максимальна, то и промежутки между измерениями массы осевших частиц, должны быть меньше, например, 10 – 30 с.

Таким образом, измерения производятся при вращении ручки 5 и совмещении стрелки 4 с красной чертой на шкале, что свидетельствует об установлении равновесия.

К концу проведения эксперимента время между измерениями увеличивается постепенно сначала до 1 – 2 мин, а затем до 5 – 10 мин.

После проведения последнего измерения закрепляем коромысло весов арретиром 3, убираем химический стакан, извлекаем чашечку весов и все отмываем водой.

### **Обработка полученных результатов**

Начертить кривую седиментации  $\Delta m = f(\tau)$ , примерный вид которой представлен на рисунке 11, по значениям, представленным в таблице 1, где  $\tau$  – время от начала проведения эксперимента, определяемое по секундомеру,  $m(\tau)$  – масса чашечки с осевшими частицами, измеренная в заданный промежуток времени  $\tau$ ,  $\Delta m$  – масса осевших частиц, определенная по формуле:

$$\Delta m = m(\tau) - m(H_2O).$$



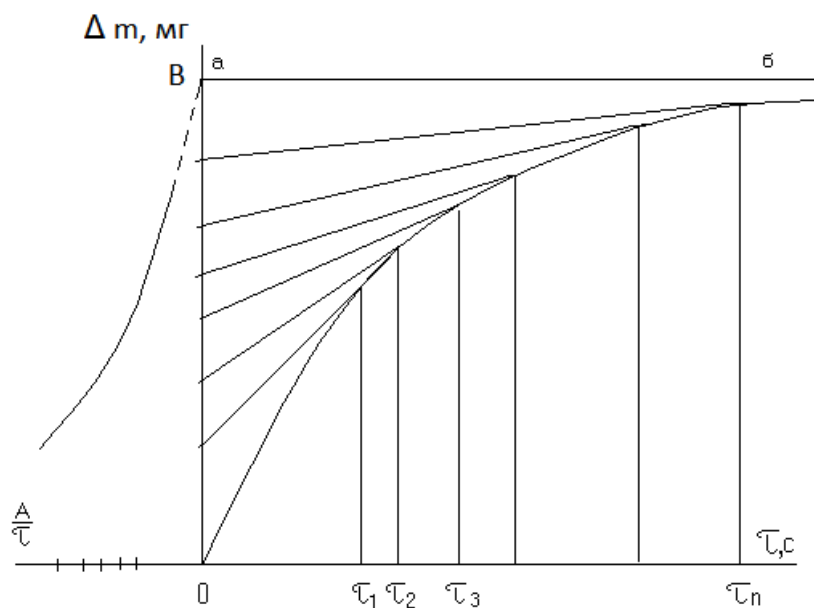


Рисунок 11. Вид седиментационной кривой

Таблица 1

Исходная масса чашечки в воде:

$$m(H_2O) = \quad (\text{мг})$$

Глубина погружения:

$$h = \quad (\text{м})$$

№№	Время эксперимента $\tau$ , с	Масса по шкале, $m(\tau)$ , мг	Масса осевших частиц, $\Delta m$ , мг	$1000/\tau$
1				
2				
3				
...				

Поскольку практически невозможно добиться полного оседания частиц, то, прежде всего, определяется предел насыщения по оседанию высокодисперсных фракций. Для этого строится вторая кривая слева от кривой седиментации в координатах  $\Delta m = f(A/\tau)$ , где  $A$  – любое целое число, например, 1000, а  $\tau$  – время оседания частиц, с. (см. рисунок 10). Поскольку область оседания высокодисперсной фракции частиц является практически прямолинейной, то необходимо продлить эту прямую до пересечения с осью  $OY$  в точке  $B$ , а прямая  $ab$ , параллельная оси  $OX$ , и проходящая через найденную точку  $B$ , и является пределом седиментационной кривой.

Далее провести 5 – 10 касательных к кривой седиментации  $\Delta m = f(\tau)$ , таким образом, чтобы отрезки на оси  $OY$  были приблизительно равны, а затем опустить перпендикуляры на ось  $OX$ , которые обозначают как отрезки  $\tau_1, \tau_2, \tau_3$  и т.д., и соответствуют времени полного оседания различных фракций.

Измерить общую длину отрезка ОВ и каждого отрезка, отсекаемого касательной на оси ОУ. Рассчитать процентное содержание каждой фракции частиц в дисперсной системе из предположения, что длина отрезка ОВ равняется 100%, а длина отрезка ординаты от начала координат до точки пересечения первой касательной с осью  $\Delta m$ , отнесенного к отрезку ОВ, соответствует процентному содержанию частиц с радиусом, большим, чем первый рассчитанный радиус.

Отрезок от точки В до ближайшей к нему касательной, отнесенный к длине отрезка ОВ, характеризует фракцию частиц с радиусом, меньшим минимального значения  $r$ .

По полученным результатам заполнить таблицу 2.

На основании уравнения

$$r = K\sqrt{v}, \quad (1)$$

где  $r$  – эффективный радиус частицы,

$K$  – константа Стокса,

$v$  – скорость оседания частиц, вычисляемая формуле (2):

$$v = h/\tau, \quad (2)$$

где  $h$  – глубина погружения чашечки весов,

$\tau$  – время оседания частиц;

получаем формулу:

$$r = K\sqrt{v} = K\sqrt{h/\tau} \quad (\text{м}), \quad (3)$$

При переходе к мкм формула (3) будет выглядеть следующим образом:

$$r = 10^6 \cdot K\sqrt{h/\tau} \quad (\text{мкм}), \quad (4)$$

где  $K$  определяется по формуле

$$K = \sqrt{9\eta/2g \cdot (\rho - \rho_1)} \quad (\text{м}^{0,5} \cdot \text{с}^{0,5}), \quad (5)$$

где  $\eta$  – динамическая вязкость воды, равная 0,01 пуаз =  $10^{-3}$  Па · с;

$\rho_1$  – плотность воды, кг / м<sup>3</sup>;

$\rho$  – плотность вещества частиц, равная 6,52 кг / м<sup>3</sup>;

$g = 9,8$  м / с<sup>2</sup>.

По уравнению (5) определяем эффективные радиусы частиц, осевших за период времени  $\tau_1, \tau_2, \tau_3, \tau_4$  и т. д., значения которых также записываем в таблицу 2.

Таблица 2 – Пример оформления результатов

Время оседания, $\tau$ , с	Размеры частиц отдельных фракций, мкм	Длины отрезков, мм	Относительное содержание фракций Q, %
	$r_1 > 4,32$	17	7,94
350 – 900	4,32 – 2,17	25	14,13
900 – 1300	2,17 – 0,97	46	29,42
	$r_4 < 0,97$	50	48,51
		Длина 0B = 138	$Q_1 + Q_2 + Q_3 + \dots$ $Q_n = 100\%$

Затем строится дифференциальная кривая распределения частиц (рисунок 12) на основании экспериментальных данных, представленных в таблице 3. Дифференциальная кривая - это ступенчатый график из нескольких прямоугольников – гистограмму, где по оси ОУ откладывается значение  $\Delta Q/\Delta r$ , представляющее собой отношение процентного содержания частиц в исследуемом интервале  $\Delta Q$  к этому интервалу  $\Delta r$ , а по оси ОХ – значение радиусов. Дифференциальные кривые дают наглядное представление о полидисперсности исследуемых систем и доли каждой фракции в ней.

Таблица 3 – Результаты для построения дифференциальной кривой распределения частиц

№№	r, мкм	Q, %	$\Delta r$ , мкм	$\Delta Q$ , %	$\Delta Q/\Delta r$ , % / мкм
1					
2					
3					
....					

Для определения преобладающей в распределении частиц фракции необходимо соединить плавной линией средние точки, полученные при построении дифференциальной кривой прямоугольников (см. рисунок 12) и определить максимум.

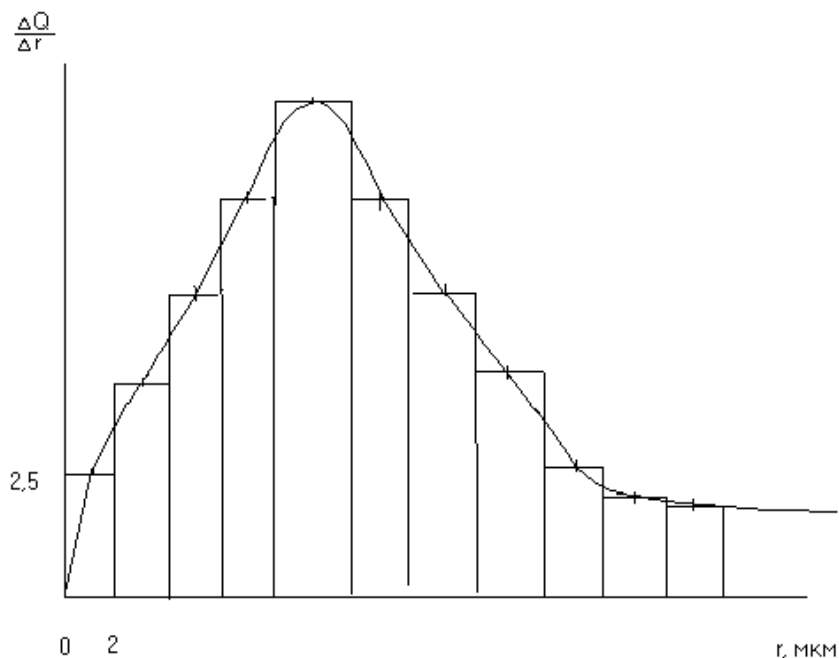


Рисунок 12. Примерный вид дифференциальной кривой распределения частиц по размерам

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10

### «Определение размера частиц в суспензии методом лазерной дифракции»

**Цель работы:** определить распределение размеров частиц методом лазерной дифракции.

#### Приборы и реактивы

- Лазерный анализатор частиц FRITSCH ANALISETTE 22 MicroTec plus, см. рис. 13.
- Мерные стаканчики на 100 мл
- Мерный цилиндр на 50 мл.
- Аналитические весы.
- Стеклянная палочка.
- Образцы для испытаний: различные дисперсные системы



Рисунок 13. Лазерный анализатор частиц FRITSCH ANALYSETTE 22

#### **Порядок выполнения работы**

Приготовление суспензии: в мерный химический стакан добавить 10 г дисперсной фазы (исследуемого образца, например, глины) и 50 мл дистиллированной воды.

**Примечание:** для получения однородной устойчивой суспензии дисперсной системы необходимо воду добавлять небольшими порциями и при постоянном перемешивании стеклянной палочкой!

Для начала проведения измерений на лазерном анализаторе размера частиц FRITSCH ANALYSETTE 22 MicroTec plus необходимо выбрать и запустить программу Standard Operating Procedures. Как только программа запустится, появится надпись о внесении пробы. Подготовленную описанным выше способом исследуемую суспензию перенести в ячейку мокрого диспергирования.

Как только количество внесенной пробы будет достаточным для исследования, далее автоматически начнется диспергирование, измерение, анализ и представление отчета на ПК, см. рисунок 14.

Для оценки воспроизводимости результатов анализа необходимо провести не менее трех тестов для каждого исследуемого образца, см. рис. 13. Если при повторных измерениях получены большие расхождения в значениях, то возможны следующие явления: агрегация, флокуляция или набухание частиц, а также возможно осаждение частиц на стекло измерительной камеры. В этих случаях необходимо произвести дополнительную промывку измерительной ячейки.

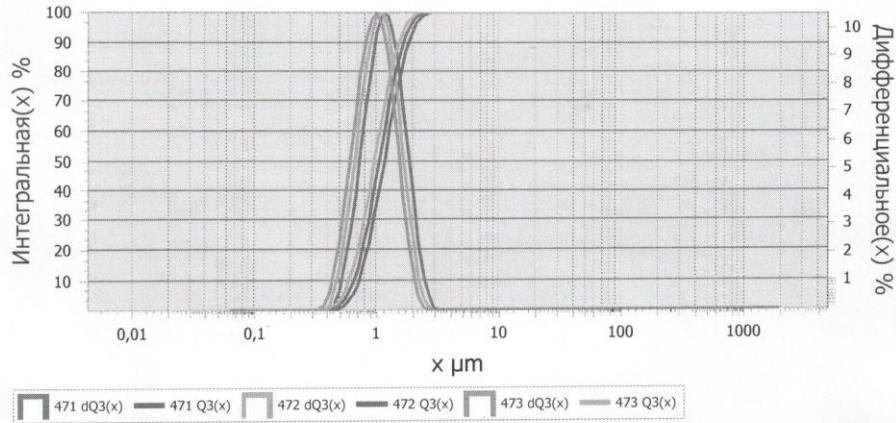
**ANALYSETTE 22 MicroTec plus**

2

Фирма: *ЗТЕСТА № 471 472 473*

Комментарий: *ГЛИНА ТЕХНИЧЕСКАЯ*

**Сравнение результатов.**



Q3(x) [%]	x [µm]	CV [%]	M471	M472	M473
10	0,7	7,5	0,7	0,7	0,6
50	1,1	7,4	1,2	1,1	1
90	1,7	7,6	1,8	1,7	1,5

x [µm]	Q3(x) [%]	CV [%]	M471	M472	M473
45	100	0	100	100	100
70	100	0	100	100	100
100	100	0	100	100	100
140	100	0	100	100	100
200	100	0	100	100	100
270	100	0	100	100	100
370	100	0	100	100	100
520	100	0	100	100	100
730	100	0	100	100	100
1 000	100	0	100	100	100
1 500	100	0	100	100	100
2 100	100	0	100	100	100

Рисунок 14. Вид представляемого отчета

## Обработка полученных результатов

Заполнить таблицу 1 по распределению частиц по размерам, разбив полученную дифференциальную кривую на 5 – 10 фракций.

Таблица 1. Распределение частиц по размерам

№№	Диапазон фракции, мкм	Q, %	Размер частиц, мкм			
			Тест 1	Тест 1	Тест 2	Среднее значение, $r_{cp}$
1	.... - ....					
2						
3						
...						

Определить:

- ✓ среднее значение размеров частиц по трем тестам, как среднее арифметическое;
- ✓ фракцию, имеющую наибольший процент содержания частиц;
- ✓ указать значения на дифференциальной кривой распределения размеров частиц: среднее, моду и медиану.

## Контрольные вопросы

1. Какой цели служат жидкости глушения?
2. По какой причине необходимо точно рассчитывать расход минеральных солей для ЖГ?
3. Растворы каких неорганических солей используют для приготовления ЖГ?
4. Каким основным параметром раствора руководствуются при приготовлении ЖГ?
5. Какие факторы учитывают при выборе ЖГ?
6. Опишите методику определения количества взвешенных частиц.
7. Опишите методику проведения седиментационного анализа.
8. Что такое мода, медиана и среднее?
9. Какие существуют методы анализа размеров частиц? В чем их достоинства и недостатки?
10. В чем заключается седиментационная устойчивость?
11. Каковы условия выполнения закона Стокса при седиментации?
12. Что такое константа Стокса и каков его физический смысл?
13. Чем характеризуется движение частиц в дисперсных системах?
14. Для чего необходимы интегральные и дифференциальные кривые распределения частиц по размерам?

## Список использованной литературы

1. Frederick R. Eirich. Rheology. Theory and Applications., Polytechnic Institute of Brooklyn, Brooklyn, New York, VOLUME 3, 1960.
2. Gupta S.V. Practical Density Measurement and Hydrometry, National Physical Laboratory, New Delhi IOP Publishing Ltd 2002. – 352 p.
3. Renpu W. Advanced Well Completion Engineering. Third edition. English translation, Elsevier Inc., 2011. – 715 p.
4. Robert S.Schechter. Oil well stimulation. Prentice Hall, 1991. - 602 p.
5. Басарыгин Ю.М., Будников В.Ф., Булатов А.И., Проселков Ю.М. Технологические основы освоения и глушения нефтяных и газовых скважин: Учеб. Для вузов. – М.: ООО «Недра-Бизнесцентр», 2001. – 543 с.: ил.
6. Фридрихсберг Д.А. Курс коллоидной химии. СПб.: Химия, 1995 г.
7. Серебряков, А. О. Промысловые исследования месторождений нефти и газа : учебное пособие для спо / А. О. Серебряков. — Санкт-Петербург : Лань, 2021. — 232 с. — ISBN 978-5-8114-6906-2. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/153663> (дата обращения: 25.01.2021).
8. Бондалетова Л.И., Сутягин В.М. Вискозиметрический метод определения молекулярной массы: Методическое пособие по выполнению лабораторных работ по курсу «Химия и физика высокомолекулярных соединений» для студентов направления 550800, специальности 250500. Томск: Изд. ТПУ, 2003 - 12 с.
9. Гасумов Р.А., Перейма А.А., Шихалиев И.Ю., Черкасова В.Е., Игнатенко Н.Ю. Перспективы применения биополимеров в технологических жидкостях для капитального ремонта скважин/ Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и море №9, 2007. – с 46-52
10. Воюцкий С.С. Курс коллоидной химии. – М.: Химия, 1976 г., с.73-77.
11. Бабаян, Э. В. Буровые растворы : учебное пособие / Э. В. Бабаян, Н. Ю. Мойса. — Вологда : Инфра-Инженерия, 2019. — 332 с. — ISBN 978-5-9729-0287-3. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/124615> (дата обращения: 25.01.2021)
12. Гончаров В.С., Козлов В.Г., Левшенко Т.В. Методическое руководство по гидрогеохимическому контролю за обводнением газовых и газоконденсатных месторождений. М., 1995. – 91 с.



13. Новиков А.Ф., Успенская М.В., Методические материалы к компьютерному тестированию студентов по курсу химии. Учебное пособие. – СПб: Изд. СПбГУИТМО, 2005 г.
14. ГОСТ 18249-72 Пластмассы. Методы определения вязкости разбавленных растворов полимеров.
15. ГОСТ 18995.1-73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности.
16. ГОСТ 33-2000 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости.
17. Латыпов О.Р., Бугай Д.Е., Рябухина В.Н. «Влияние компонентов пластовой воды на скорость коррозии»/ Проблемы сбора, подготовки и транспорта нефти и нефтепродуктов, №1, 2016. - с 22-23.
18. Моргунова Н.Л. Реология/краткий курс лекций для аспирантов направления подготовки 19.06.01 Промышленная экология и биотехнологии / ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ». – Саратов, 2014. – 52 с.
19. Прохоров А.М. Физическая энциклопедия. Издательство «Советская энциклопедия». Т. 3, 1988. – 707 с.
20. Карпов, К. А. Строительство нефтяных и газовых скважин : учебное пособие / К. А. Карпов. — 3-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2019. — 188 с. — ISBN 978-5-8114-4712-1. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/125439> (дата обращения: 25.01.2021).
21. Рябоконт С.А. Технологические жидкости для заканчивания и ремонта скважин. Издание второе. Краснодар, 2009. – 337 с
22. Савельев И.В. Курс общей физики, том I. Механика, колебания и волны, молекулярная физика. Издательство «Наука», Главная редакция физико-математической литературы, М., 1970. – 511 с
23. Токунов В.И., Саушин А.З. Технологические жидкости и составы для повышения продуктивности нефтяных и газовых скважин. – М.: ООО «Недра-Бизнесцентр», 2004. – 711 с.: ил.
24. Практикум по физической химии. / Под ред. Н.К. Воробьева – М.: Химия, 1975 г.
25. Белов, В.В. Компьютерная реализация решения научно-технических и образовательных задач: учебное пособие / В.В. Белов, И.В. Образцов, В.К. Иванов, Е.Н. Коноплев // Тверь: ТвГТУ, 2015. 108 с.
26. Кларк Э. Р., Эберхардт К. Н. Микроскопические методы исследования материалов. – М.: Техносфера, 2007. – 376 с.
27. Кругляков П.М. Физическая и коллоидная химия / П.М. Кругляков, Т.Н. Хаскова. – М.: Высшая школа, 2007.

Аниса Мухаметгалимовна Кунакова  
Роман Олегович Олехнович  
Олег Васильевич Клим  
Полина Геннадьевна Мурахтанова  
Майя Валерьевна Успенская

## ЖИДКОСТИ ДЛЯ ГЛУШЕНИЯ НЕФТЯНЫХ СКВАЖИН

Учебное пособие

В авторской редакции

Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО

Зав. РИО

Н.Ф. Гусарова

Подписано к печати

Заказ №

Тираж

Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел  
Университета ИТМО  
197101, Санкт-Петербург, Кронверский пр., 49