本发明涉及一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系及其制备方法。所述用剂体系由以下质量百分比的组分组成：主剂8%～14%，交联剂0.6%～1.2%，引发剂0.006%～0.01%，低温缓膨颗粒锂皂石纳米颗粒0.6%～0.8%，添加剂10%～30%，添加剂为由橡胶颗粒和蛭石中的一种或两种与蒙脱土组成的混合物，其余为水；本发明提供的制备方法包括以下步骤：将蒙脱土加入水中制备蒙脱土分散体系；将主剂、交联剂、引发剂和锂皂纳米粒子加入蒙脱土分散体系，制备主剂溶液；将橡胶颗粒或蛭石加入主剂溶液中制备缓膨密度可控型流道调整用剂，本发明的流道调用剂体系密度可控和低温缓膨,适用于140℃，矿化度25万的高温、高盐缝洞油藏流道深部调增及堵水。



1.一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系，其特征在于，原料组成按照质量分数计算如下：

主剂：8%～14%，

交联剂：0.6%～1.2%，

引发剂：0.006%～0.01%，

低温缓膨颗粒：0.6%～0.8%，

添加剂：10%～30%，

其余为水，

上述组分总和为100%；

所述低温缓膨颗粒为锂皂石纳米颗粒；所述添加剂为由橡胶颗粒和蛭石中的一种或两种与蒙脱土组成的混合物。

1. 如权利要求1所述的一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系，其特征在于，所述主剂为丙烯酰胺和丙烯酸组成的混合物。

3.如权利要求1所述的一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系，其特征在于，所述交联剂为由苯酚和甲醛按质量比1:9混合配制的酚醛交联剂。

4.如权利要求1所述的一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系，其特征在于，所述引发剂为偶氮类引发剂。

5.一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系的制备方法，其特征在于，用于制备权利要求1所述的一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系，具体制备步骤如下：

A1:蒙脱土分散体系的制备

将蒙脱土加入到正在搅拌的水溶液中，搅拌4h～5h，使得蒙脱土很好的分散到水中，得到蒙脱土分散体系。

A2:主剂溶液的制备

将主剂、交联剂、引发剂和锂皂纳米粒子加入到步骤A1制备的蒙脱土分散体系，搅拌均匀，使主剂、交联剂、引发剂和锂皂纳米粒子能够很好的溶解到蒙脱土分散体系中,得到主剂溶液。

A3：缓膨密度可控型流道调整用剂体系的制备

将步骤A2制备的主剂溶液放入90℃烘箱中，成胶1.5h，将其取出、加入橡胶颗粒或蛭石并搅拌均匀，放回老化罐后将螺栓旋紧进行密封后，放回120℃烘箱使其继续反应12h后使其完全成胶，用研磨器进行造粒，颗粒大小可根据实际应用的要求确定。

**一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系及其制备方法**

**技术领域**

本发明涉及油气田开发技术领域，具体涉及一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系及其制备方法。

**背景技术**

碳酸盐岩缝洞型油藏缝洞组合随机，连通方式极为复杂。油井见水后含水率迅速上升，甚至暴性水淹。因此，对缝洞型油藏进行流道调整是实现油藏控制含水率上升、提高油田采收率的有效方法。

目前，所研发的流道调整用剂，主要有沉淀类、颗粒类以及凝胶类流道调整用剂。沉淀类代表性的体系配方是水玻璃+固化剂体系和热沉淀调整剂技术。如董龙等（2017年）在蒸汽驱热沉淀调剖技术的研究中研究的化学物质硼酸钠，首先，通过注入蒸汽将油藏预热到指定温度，然后将饱和化学物质的热水溶液注入到预热区，然后靠热传导来冷却热水溶液。随着水溶液温度的下降，溶液中的化学物质会发生沉淀，可以起到流道调增作用。颗粒类体系主要有无机颗粒、体膨颗粒和聚合物微球等。如陈宇豪等（2019年）在大粒径调剖颗粒封堵机理及深部运移性能评价中研究不同粒径的封堵性能以及各粒径适用的不同类型的储层。凝胶类体系，主要有聚合物类和单体类。如苏鑫等（2017年）在大粒径调剖颗粒封堵机理及深部运移性能评价中研究的在接近油藏实际条件下成胶的淀粉，在玻璃容器内具有良好耐稀释性、抗剪切性，然而在岩心孔隙内却难以发生交联反应。即化学反应空间越大，成胶效果越好。

虽然上述流道调整用剂体系已经对油田提高采收率起到了很大的作用，但是这些用剂体系密度范围较窄，而注入水由于矿化度差异大而密度分布较广，常常由于用剂体系与注入水密度差异大造成其在注入水中悬浮性差的而分层、沉积等问题，难以适应地质储层对特定密度用剂体系的要求；再者，对于高温、高盐油藏，高温容易造成用剂体系降解、结构破坏，最终形成的堵剂强度较低，高矿化度会使用剂体系在地层内脱水，体积收缩结构损坏，因而形成的堵剂稳定性较差；此外，目前用剂体系常用的颗粒类流道调整用剂为预交联颗粒，在常温下，颗粒可以膨胀到40～200倍，用剂在低温条件下膨胀倍数大，强度性能降低比较明显，导致颗粒难以注入油藏深部，不能达到实现深调深驱的目的。因此，研发出适合高温、高盐储层的低温缓膨、密度可控的流道调整用剂体系，达到深调深驱，是实现缝洞油藏流道调整地实施关键。

**发明内容**

本发明的目的是针对现有技术的缺陷，提供了一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系及其制备方法，本发明提供的缓膨密度可控型流道调整用剂体系具有良好的抗温、抗盐性能和低温缓膨性能，同时密度可以调节，适用于不同密度要求的缝洞油藏深部调整及堵水作业。

本发明提供了一种缓膨密度可控型流道调整用剂体系，该流道调整用剂体系由主剂、引发剂在交联剂作用下发生交联反应形成，并且在交联的同时，加入缓膨颗粒和添加剂。本发明的添加剂由多种不同密度的固体颗粒组成，通过改变不同密度颗粒物质的配比来控制流道调整用剂的密度，各原料组分的质量百分比如下：

主剂：8%～14%，

交联剂：0.6%～1.2%，

引发剂：0.006%～0.01%，

低温缓膨颗粒：0.6%～0.8%，

添加剂：10%～30%，

其余为水，

上述组分总和为100%；

所述低温缓膨颗粒为锂皂石纳米颗粒；所述添加剂为由橡胶颗粒和蛭石中一种或两种与蒙脱土组成的混合物；所述主剂为丙烯酰胺和丙烯酸组成的混合物；所述交联剂为由苯酚、甲醛按质量比1:9混合配制的酚醛交联剂；所述引发剂为偶氮类引发剂。

本发明还提供了一种缝洞型油藏缓膨密度可控型流道调整用剂体系的制备方法，用于制备上述流道调整用剂体系，具体制备步骤如下：

A1:蒙脱土分散体系的制备

将蒙脱土加入到正在搅拌的水溶液中，搅拌4h～5h，使得蒙脱土很好的分散到水中，得到蒙脱土分散体系。

A2:主剂溶液的制备

将主剂、交联剂、引发剂和锂皂纳米粒子加入到步骤A1制备的蒙脱土分散体系，搅拌均匀，使主剂、交联剂、引发剂和锂皂纳米粒子能够很好的溶解到蒙脱土分散体系中,得到主剂溶液。

A3：缓膨密度可控型流道调整用剂的制备

将步骤A2制备的主剂溶液放入90℃烘箱中，成胶1.5h，将其取出后加入橡胶颗粒或蛭石并搅拌均匀，放回老化罐后将螺栓旋紧进行密封后，放回120℃烘箱使其继续反应12h后使其完全成胶，用研磨器进行造粒，颗粒大小可根据实际应用的要求确定。

与现有的技术相比，本发明的有益效果是：

本发明可以通过添加剂的种类以及比例来实现体系的密度调节，用剂体系的密度可以控制在0.79g/cm3～1.25g/cm3，体系烘干后密度可以控制在0.5g/cm3～0.79g/cm3，具有较大的密度范围，适用于不同密度要求的缝洞油藏堵水作业；本发明添加缓膨颗粒，在低温或高盐条件下膨胀倍数低，利于用剂体系进入地下深层油藏，实现深调深驱；本发明具有良好的抗温、抗盐性能，在140℃，矿化度25万条件下，体系在90天时仍有良好的流道调整效果，可用作高温、高盐油藏深部调整及堵水。因此，本发明适用于不同密度要求的高温、高盐缝洞油藏部调整及堵水作业。

**附图说明**

图1 浸泡实验图

图2 驱替性能测试图

**具体实施方式**

下面将结合实例对本发明的具体实施方式进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。

下述实施例中所使用的实验方法如无特殊说明，均为常规方法。

下述实施例中所用的材料、试剂等，如无特殊说明，均可从商业途径得到。

实施例1

A1:蒙脱土分散体系的制备

将11g蒙脱土加入70 g水溶液中，搅拌4h～5h，使得蒙脱土很好的分散到水中，得到蒙脱土分散体系。

A2:主剂溶液的制备

将9g丙烯酰胺和1g的丙烯酸配置的主剂，0.8g酚醛交联剂和1g浓度为1%的偶氮二异丁晴引发剂和0.75g锂皂纳米颗粒加入到步骤A1制备的蒙脱土分散体系，搅拌均匀，使几种试剂和锂皂纳米粒子能够很好的溶解到蒙脱土分散体系中,得到主剂溶液。

A3：缓膨密度可控型流道调整用剂的制备

将步骤A2制备的主剂溶液放入90℃烘箱中，成胶1.5h，将其取出后加入9 g橡胶颗粒并搅拌均匀，放回老化罐后将螺栓旋紧进行密封，放回120℃烘箱使其继续反应12h后使其完全成胶，再用研磨器进行造粒，即得到样品1。

按照A1～A3的步骤改变蒙脱土和橡胶颗粒的配比分别制取样品2～样品5，各样品的具体的组成如下表：

表1 样品1～样品5配方表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 主剂  （g） | 水  （g） | 蒙脱土  （g） | 橡胶  （g） | 引发剂溶液（g） | 交联剂  （g） | 缓膨颗粒（g） |
| 样品1 | 10 | 70 | 11 | 9 | 1.0 | 0.8 | 0.75 |
| 样品2 | 13 | 7 |
| 样品3 | 15 | 5 |
| 样品4 | 17 | 3 |
| 样品5 | 20 | 0 |

实施例2

A1:蒙脱土分散体系的制备

将15g蒙脱土加入69 g水溶液中，搅拌4h～5h，使得蒙脱土很好的分散到水中，得到蒙脱土分散体系。

A2:主剂溶液的制备

将9g丙烯酰胺和1g的丙烯酸配置的主剂，0.8g酚醛交联剂和1g浓度为1%的偶氮二异丁晴引发剂和0.75g锂皂纳米颗粒加入到步骤A1制备的蒙脱土分散体系，搅拌均匀，使几种试剂和锂皂纳米粒子能够很好的溶解到蒙脱土分散体系中,得到主剂溶液。

A3：缓膨密度可控型流道调整用剂的制备

将步骤A2制备的主剂溶液放入90℃烘箱中，成胶1.5h，将其取出后加入6 g橡胶颗粒并搅拌均匀，放回老化罐后将螺栓旋紧进行密封，放回120℃烘箱使其继续反应12h后使其完全成胶，再用研磨器进行造粒，即得到样品6。

按照A1～A3的步骤改变蒙水和橡胶颗粒的配比分别制取样品7～样品10，各样品的具体的组成如下表：

表2 样品6～样品10配方表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组别 | 主剂  （g） | 水  （g） | 蒙脱土  （g） | 橡胶  （g） | 引发剂  （g） | 交联剂  （g） | 缓膨颗粒（g） |
| 样品6 | 10 | 69 | 15 | 6 | 1.0 | 0.8 | 0.75 |
| 样品7 | 68 | 7 |
| 样品8 | 67 | 8 |
| 样品4 | 66 | 9 |
| 样品5 | 65 | 10 |

性能测试

（1）成胶强度测试

取样品1～样品10，根据目测代码法，得到样品1～样品10的成胶强度可以达到I级。

（2）成胶密度和膨胀倍数测试

a、成胶12h密度及膨胀倍数测试

将样品1～样品10放入120℃烘箱成胶12h然后分别从每一样品中取出三块试样分别测量器质量、体积，计算其密度，再分别计算各样品平均密度，得到各样品成胶12h密度，具体结果见下表：

表3 各样品成胶12h密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 密度1（g/cm3） | 密度2（g/cm3） | 密度3（g/cm3） | 平均密度（g/cm3） |
| 样品1 | 0.87 | 0.78 | 0.72 | 0.79 |
| 样品2 | 0.90 | 1.08 | 0.81 | 0.93 |
| 样品3 | 1.08 | 1.10 | 1.05 | 1.08 |
| 样品4 | 1.14 | 1.26 | 1.11 | 1.17 |
| 样品5 | 1.25 | 1.23 | 1.27 | 1.25 |
| 样品6 | 0.91 | 0.90 | 0.93 | 0.91 |
| 样品7 | 0.92 | 1.08 | 1.04 | 1.01 |
| 样品8 | 1.05 | 1.04 | 1.35 | 1.15 |
| 样品9 | 1.00 | 0.93 | 1.27 | 1.07 |
| 样品10 | 1.01 | 0.86 | 1.04 | 0.97 |

b、干密度测量

将样品1～样品10放入120℃烘箱烘干7d，使水分全部蒸发，然后分别从每一样品中取出三块试样分别测量器质量、体积，计算其密度，再分别计算各样品的平均密度，得到各样品干颗粒的密度见下表：

表4 各样品干颗粒密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 密度1（g/cm3） | 密度2（g/cm3） | 密度3（g/cm3） | 平均密度（g/cm3） |
| 样品1 | 0.56 | 0.53 | 0.55 | 0.55 |
| 样品2 | 0.59 | 0.60 | 0.59 | 0.59 |
| 样品3 | 0.55 | 0.56 | 0.56 | 0.56 |
| 样品4 | 0.69 | 0.68 | 0.68 | 0.68 |
| 样品5 | 0.81 | 0.80 | 0.77 | 0.79 |
| 样品6 | 0.54 | 0.54 | 0.52 | 0.53 |
| 样品7 | 0.64 | 0.69 | 0.61 | 0.65 |
| 样品8 | 0.58 | 0.55 | 0.54 | 0.55 |
| 样品9 | 0.48 | 0.50 | 0.53 | 0.50 |
| 样品10 | 0.59 | 0.58 | 0.58 | 0.59 |

c、去离子水中成胶7d膨胀倍数测试

分别将同一样品中取出的两块试样分别置于25℃以及140℃烘箱（试样均分别用老化罐装且老化罐中盛有去离子水）中放置7d，然后测量其体积，最后计算其在25℃和140℃条件下的膨胀倍数，具体结果见下表：

表5 各样品在去离子水中成胶7d膨胀倍数测试

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 样品1 | 样品2 | 样品3 | 样品4 | 样品5 | 样品6 | 样品7 | 样品8 | 样品9 | 样品10 |
| 25℃膨胀倍数  （g/g-1） | 7.8 | 7.7 | 7.7 | 7.5 | 7 | 7.8 | 7.7 | 7.5 | 7.7 | 7.7 |
| 140℃膨胀倍数  （g/g-1） | 20.2 | 19.5 | 19.5 | 19.2 | 18.1 | 19.5 | 19.4 | 19.2 | 19.2 | 19.5 |

通过样品1～样品10的成胶密度和膨胀倍数测试可以得出，所研发的流道调整用剂密度可以控制在0.79g/cm3～1.25 g/cm3，烘干后用剂密度可以控制在0.5g/cm3～0.79g/cm3。样品1～样品10在25℃的去离子水中膨胀倍数7～8倍，在140℃以上的去离子水中下膨胀倍数在18倍以上，其低温缓膨性能良好。

（3）抗高温、高盐性能评价

将烘干研磨后的样品1颗粒放入西林瓶中，用25万矿化度的水浸泡，将西林瓶放入老化罐中（防止高温意外的发生），将老化罐旋紧密封后放入140℃烘箱中老化，观察其初始以及浸泡60d、90d后状态，见图1。

根据某缝洞型碳酸盐岩油藏储层特征，制备裂缝-溶洞模型。由于140℃危险系数较高，所以，在实验室中我们采用在140℃、25万矿化度条件下经90天老化后的样品1进行驱替实验，实验温度为90℃，注入水为按油田要求配置的25万矿化度用水，具体步骤如下：

首先饱和水测量模型孔隙体积，然后饱和油，记录原始含油饱和度，进行水驱油至含水率达98%；水驱完成之后，以0.3mL/min的速率注入上述在140℃、25万矿化度条件下浸泡过90天的样品1 0.3PV，每0.1PV记录一次数据，进行后续水驱，直至含水率达98%。采用流道调整用剂最终提高采收率结果数据回执含水率与采收率随注入体积变化的关系如图2所示：

由图1可以看到在140℃，25万矿化度条件下膨胀倍数较小，明显小于在去离子水中成胶7d的膨胀倍数，其在高温、高盐条件下缓膨性能良好；由图2可知本发明在25万矿化度、140℃条件下老化 90后仍有良好的流道调整效果，在缝洞型油藏采用该流道调整用剂之后，含水率急剧下降，最终提高采收率约20个百分点，在缝洞油藏提高油田采收率上有很高的应用价值。因此，可用作高温、高盐油藏深部调整及堵水作业。

综上所述，本发明的密度可控型流道调整用剂添加了不同比例的、不同密度的添加剂来控制流道调整用剂的密度。用剂密度可根据地层（注入水密度）需要进行调整，低温缓膨，能够进入地层深部，满足不同储层对特定密度的要求，能够深部调整及堵水，是实现流道调整提高采收率的关键。

本发明在上文已优选实施例公开，但是本领域的技术人员应理解的是，这些实施例仅用于描述本发明，而不应理解为限制本发明的范围。在不脱离本发明原理的前提下，还能进一步改进，这些改进也应视为本发明的保护。

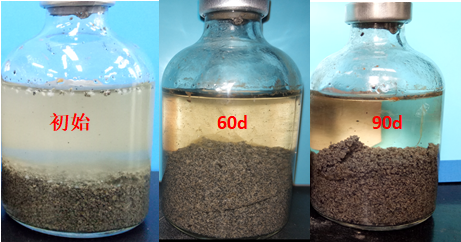


图1



图2