

微量物质示踪剂对页岩油水平井压后排液诊断技术

常青¹, 刘音², 卢伟¹, 王晓磊², 张华³, 张磊²

- 1. 中国石油集团渤海钻探工程公司工程技术研究院 天津 300280
- 2. 中国石油集团渤海钻探工程公司井下技术服务分公司 天津 300280
- 3. 中国石油集团渤海钻探工程公司国际工程分公司 天津 300457

通讯作者: Email: chang_qing@cnpc.com.cn

项目支持: 中国石油集团渤海钻探工程公司重大研发课题“油气井压后各层段生产能力示踪诊断技术研究”(2019ZD09K-02)

引用: 常青, 刘音, 卢伟, 等. 微量物质示踪剂对页岩油水平井压后排液诊断技术[J]. 油气井测试, 2021, 30(3): 32-38.

Cite: CHANG Qing, LIU Yin, LU Wei, et al. Diagnostic technology of trace substance tracer for backflow liquid after fracturing in shale oil horizontal well [J]. Well Testing, 2021, 30(3): 32-38.

摘要 为分析页岩油水平井、直井压裂施工后各层段返排产液情况, 评价压裂效果, 合成了 20 种微量物质示踪剂系列产品。施工时在每一段入井压裂液中加入一种示踪剂, 通过检测不同时段返排液中各种示踪剂的种类及含量, 判定各层是否出液及出液顺序; 通过分析计算得出各层返排液量及产液剖面, 形成页岩油压裂返排示踪诊断技术。该系列产品经室内实验评价, 检出限均在 80 mg/m³ 以内, 可同时检测, 灵敏度高, 互无干扰, 且与压裂液配伍性好。现场用于页岩油水平井吉岩油 X 井 20 段压裂, 压后累计测试 119 d, 获取各层段产液顺序、启动时间及产液量, 落实了该井的产液剖面。该技术可为同区块后续压裂工艺参数的精确优化提供技术支撑。

关键词 页岩油; 水平井; 压裂; 微量物质示踪剂; 示踪诊断技术; 压后分析; 产液剖面

中图分类号: TE353 文献标识码: B DOI: 10.19680/j.cnki.1004-4388.2021.03.006

Diagnostic technology of trace substance tracer for backflow liquid after fracturing in shale oil horizontal well

CHANG Qing¹, LIU Yin², LU Wei¹, WANG Xiaolei², ZHANG Hua³, ZHANG Lei²

- 1. Engineering Technology Research Institute, CNPC Bohai Drilling Engineering Company Limited, Tianjin 300280, China
- 2. Downhole Technology Service Branch, CNPC Bohai Drilling Engineering Company Limited, Tianjin 300280, China
- 3. International Engineering Company, CNPC Bohai Drilling Engineering Company Limited, Tianjin 300457, China

Abstract: To analyze the backflow production of shale oil horizontal wells and vertical wells after fracturing, and evaluate the fracturing effect, 20 types of trace substance tracer products were synthesized. During the operation, one tracer is added into the fracturing fluid of each section. By detecting the types and contents of various tracers in the backflow fluid of different sections at different times, it is determined whether the fluid is discharged from each layer and its sequence; Through analysis and calculation, the flowback fluid volume and production profile of each layer are obtained, thus forming the tracing diagnosis technology of shale oil fracturing flowback. The detection limits of these products are all within 80 mg/m³, which can be detected at the same time with high sensitivity, no interference and good compatibility with fracturing fluid. It was used for fracturing in 20 section of Well Jiyanyou X, a horizontal well of shale oil. The cumulative test time after fracturing was 119 days. The fluid production sequence, start-up time and fluid production of each section were obtained, and the fluid production profile of the well was determined. This technology can provide technical support for accurate optimization of subsequent fracturing process parameters in the same block.

Keywords: shale oil; horizontal well; fracturing; trace substance tracer; tracer diagnosis technology; analysis after fracturing; production profile

致密油气储层特别是页岩油低孔、低渗储层, 层内流体流动性差, 需要精细分段、大规模分段压裂才能提高单井油气产量^[1-4]。通常分层段压裂后, 只能了解整体压裂液返排及产出情况, 无法确定各层段的返排出液时间及液量, 而压裂返排率是评价压裂效果的一个重要指标^[5-7]。因此, 使用分

层段产能诊断技术利用示踪剂标记各层段流体, 研究分析各层段产液情况, 方法简单方便, 实用性强, 具有重要意义。示踪剂以往多应用于井间示踪, 近年来开始在油气井压裂工程中应用, 用于监测压裂液返排和优化压裂液排液, 计算返排液的量, 并由此计算返排效率评估裂缝中的返排情况和裂缝体积。另外, 还可以用于评估长期产能情况^[8-9]。按化学成分, 可将示踪剂分为: 放射型同位素示踪剂、非放射型同位素示踪剂及化学示踪剂^[10]。放射性同位素示踪剂具有放射性, 使用及取样过程操作复杂, 易对人员造成伤害。非放射性同位素示踪剂克服了放射性的缺点, 但使用时需要中子活化, 分析过程变得复杂。国外对于化学示踪剂应用较广, 利用不同的化学标记物不但可以监测压裂返排液, 还能对页岩气中的矿物质, 有机物质进行分析^[11-14]。单井化学示踪剂还可用于估算注水后的剩余油饱和度。化学示踪剂检测手段是一种即快速又精确的后期处理模拟技术。化学示踪剂也可以分为: 液体示踪剂、气相示踪剂和油相示踪剂。液体示踪剂随压裂液体系进入地层, 通过对返排液中示踪剂的测试来完成监测诊断的工作; 气体示踪剂比液体示踪剂测试方法更困难, 它可以用来评价井间的连通性, 地层的各向异性和地层之间的天然裂缝通道, 以及计算体积波及系数^[15-16]。油相示踪剂通过标记不同压裂段产出的原油, 通过气质联用仪进行分析检测。

微量物质示踪剂选用地层流体中含量极少的元素作为标记物。研究的微量物质示踪剂首次用于页岩油水平井中, 累计跟踪测试 119 d, 通过对返排液中示踪剂的浓度测定, 依据其返排时间及返排速率等数据, 计算出返排液中各层所用压裂液的返排量, 得出各层段压裂液返排出液顺序、产液的主力层, 可将实际排液情况与地质资料中的甜点层对比, 为该区块后续压裂设计提供了依据, 同时形成了对液压油这类多段大液量压裂压后各层段出液能力诊断技术方法。

1 实验过程

在实验过程中, 对实验条件及微量物质示踪剂制备方法进行简述, 对产品性能给与评价。

1.1 实验条件

主要试剂: 微量元素氯化物为分析纯, 乙二胺二戊二酸 (EDGA)、环己烷二胺四乙酸 (CDTA)、纯

碱等工业品。
主要仪器: 精密电子天平, 日本岛津公司; 毛细管吸收时间测定仪, 美国 Fann Instrument Company; 管路摩阻仪, 中石大石仪科技有限公司; RS6000 流变仪, 德国 HAAKE; 电感耦合等离子体质谱仪, 美国 ThermoFisher 等。

1.2 微量物质示踪剂制备方法

将一定量 EDGA 和 CDTA 分别溶解在水中搅拌均匀, 用纯碱调节溶液 pH 值调至 9~11, 将反应容器置于 65℃ 水浴锅中, 将微量物质氯化物边搅拌边缓慢加入到反应容器中, 经过络合反应形成稳定的络合物溶液, 即为示踪剂。

1.3 产品性能评价

主要评价示踪剂的检出限、相互干扰性和配伍性, 从而确定施工时的使用量、使用种类及压裂液体系, 直接影响最终测试及分析结果。

1.3.1 检出限

将微量元素氯化物放入烘箱中, 110℃ 条件下烘干 3 h, 将烘干后的微量元素氯化物配制标准溶液, 使用 ICP-MS 检测标准溶液后对检测灵敏度进行标定。

20 种微量元素的检出限结果见表 1。示踪剂检出限均在 80 mg/m³ 以内, 可同时检测, 且灵敏度高, 能够满足对页岩油井 20 段压裂返排液监测诊断技术的使用要求。

表 1 20 种元素的检出限数据表					
Table 1 Detection limits of 20 types of elements					
序号	元素种类	检出限/ (mg·m ⁻³)	序号	元素种类	检出限/ (mg·m ⁻³)
1	Wpt-1	30.0	11	Wpt-11	40.0
2	Wpt-2	10.0	12	Wpt-12	20.0
3	Wpt-3	20.0	13	Wpt-13	35.0
4	Wpt-4	65.0	14	Wpt-14	10.0
5	Wpt-5	25.0	15	Wpt-15	10.0
6	Wpt-6	30.0	16	Wpt-16	20.0
7	Wpt-7	20.0	17	Wpt-17	10.0
8	Wpt-8	10.0	18	Wpt-18	10.0
9	Wpt-9	50.0	19	Wpt-19	35.0
10	Wpt-10	75.0	20	Wpt-20	10.0

1.3.2 相互干扰性

若元素间存在相互干扰, 则混合溶液种无法准确测定每种元素的浓度, 导致元素标记失效, 从而无法达到示踪诊断的效果。

配制含有 20 种示踪剂的混合溶液, 使用 ICP-MS 进行检测, 比较检测值与实际值, 检测结果如图 1 所示。

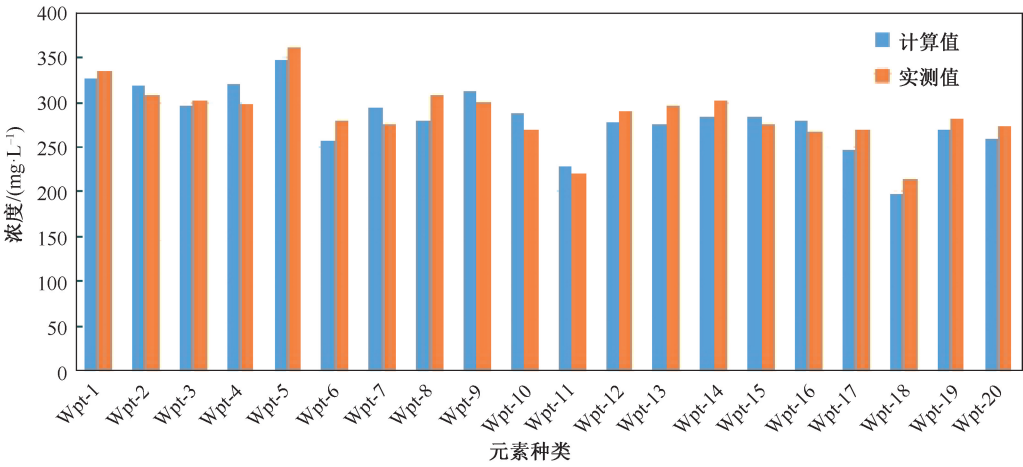


图 1 混合溶液与单一溶液检测值对比柱状图

Fig. 1 Histogram of detection value comparison between mixed solution and single solution

由图 1 可知,20 种示踪剂检测值与实际值之间偏差很小,样品中没有测不出的情况发生,可确定测试时元素之间不存在相互影响的问题。

1.3.3 页岩油用压裂液配伍性

配制示踪剂混合溶液,按照 1% 的用量加入页岩油用压裂液体系中,搅拌均匀,对混合有示踪剂的压裂液进行性能评价,结果见表 2。

表 2 压裂液体系性能表

Table 2 Performance of fracturing fluid system

检验项目	标准要求	检验结果
溶解时间/s	≤40	22
pH 值	6~9	7.0
运动黏度/(mm ² ·s ⁻¹)	≤5.0	2.3
表面张力/(mN·m ⁻¹)	<28.0	23.2
界面张力/(mN·m ⁻¹)	<2.0	0.8
降阻率/%	≥70	75.2
CST 比值	<1.5	1.2

由检测结果可知,页岩油体系各项指标均符合页岩油用压裂液行业标准要求^[17],示踪剂混合样品与页岩油所用压裂液体系无不良反应。1% 的添加量远远大于实际使用量,因此实际施工过程中示踪剂完全可以和该体系混合使用。

2 现场应用

吉页油 X 井位于松辽盆地南部长岭凹陷的一口页岩油水平井,完钻井深 3 978 m(垂深 2 503.55 m),人工井底 3 943 m,可改造段长 1 431 m,目的层层位上白垩统青山口组一段,储层黏土含量 40%~50%,平均 40.6%,岩性为富黏土硅质页岩。该井按照岩性、含油气性、物性、可压性将水平井自下而上分为 5 个层组,分 20 段压裂改造,采用微量物质示踪剂

进行监测。

2.1 施工及分析方法

根据该井测试目的及压裂设计,结合示踪剂检出限等性能指标、压裂设计中各层段液量、泵注程序等确定示踪剂的施工及分析方法。

2.1.1 使用量及投放方法

依据每种示踪剂最低检出限及对应层段的压裂液用量,分别设定相应示踪剂的投放量,配制成示踪剂溶液,使用精密投放装置在混砂车均匀的随压裂液泵入相应目的层中,具体参数见表 3。

表 3 示踪剂标记层段及用量

Table 3 Tracer labeling interval and dosage

序号	名称及规格型号	设计用量/L	层段
1	Wpt-14	10	第 1 层
2	Wpt-2	10	第 2 层
3	Wpt-8	10	第 3 层
4	Wpt-20	10	第 4 层
5	Wpt-15	10	第 5 层
6	Wpt-16	10	第 6 层
7	Wpt-12	10	第 7 层
8	Wpt-7	10	第 8 层
9	Wpt-4	20	第 9 层
10	Wpt-3	20	第 10 层
11	Wpt-5	20	第 11 层
12	Wpt-19	10	第 12 层
13	Wpt-6	20	第 13 层
14	Wpt-17	10	第 14 层
15	Wpt-13	20	第 15 层
16	Wpt-18	10	第 16 层
17	Wpt-9	20	第 17 层
18	Wpt-10	20	第 18 层
19	Wpt-1	20	第 19 层
20	Wpt-11	20	第 20 层

图 2 为吉页油 X 井部分压裂施工曲线。该井共分 20 层段施工,历时 20 d 顺利完成,每段加入一

种示踪剂。从施工曲线可以看出,施工压力平稳,过程顺利,示踪剂的加入对施工无影响。

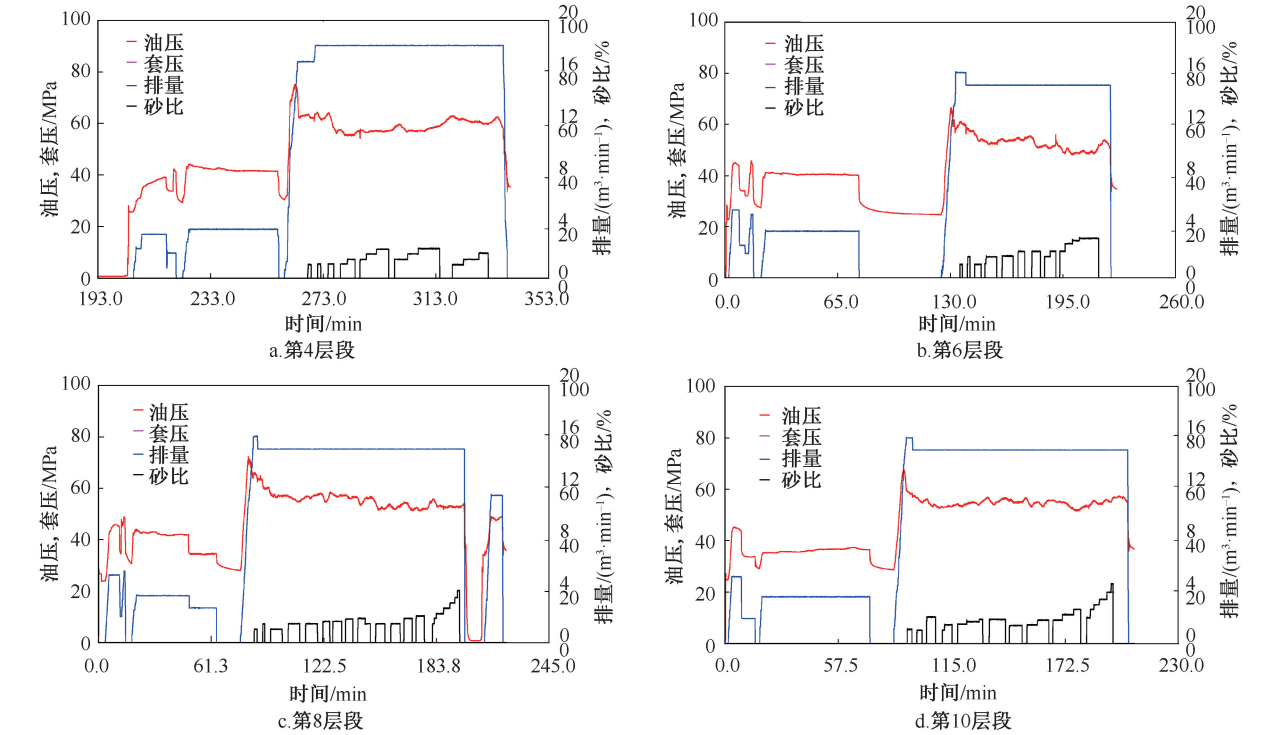


图 2 吉页油 X 井部分压裂施工曲线图
Fig.2 Partial fracturing operation curve of Well Jiyeyou X

2. 1. 2 取样时长

自开井排出 1 个井筒的液量时开始从排液口取样,排放的 0~6 h 每 0.5 h 取样一次,7~24 h 每 1 h 取样一次。此后,依据实际排液速率实时调整,累计跟踪取样 119 d。

2. 1. 3 分析方法

使用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)对所取样品实时检测,并对检测结果依据排液情况分时段拟合计算。

2. 2 结果分析

通过对取样分析数据结果进行分析、计算,解释各层段排液情况、产液量、产液剖面等。

2. 2. 1 返排液中示踪剂样品时间-浓度关系

开井时间作为起点 0 h,依次计算各个样品取样距开井之时的时间差作为横坐标,以样品检测浓度为纵坐标,绘制出时间-浓度曲线。可依据该曲线观察分析各层段排液量变化、出液时间,结果如图 3 所示。

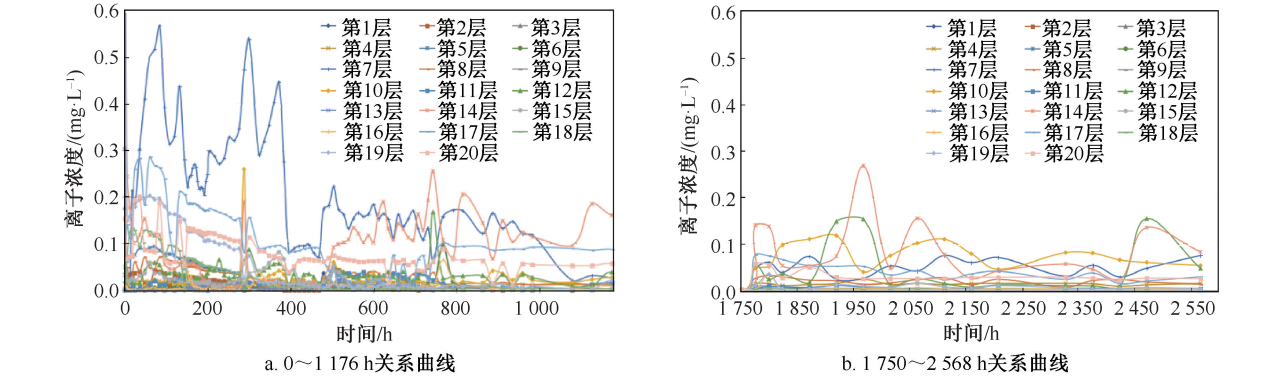


图 3 返排液中示踪剂返排时间-浓度关系图
Fig.3 Relationship between tracer backflow time and concentration in backflow liquid

样品中示踪剂检出顺序可直接反应各层段的返排出液顺序。由图 3 可知,各层段返排先后顺序

依次如下:首先:第 4 层、第 5 层、第 7 层、第 10 层、第 12 层、第 14~20 层;其次:第 2 层、第 8 层;再次:第 6 层、第 11 层;随后依次为:第 9 层;第 3 层;第 1 层;第 13 层。

2.2.2 校正浓度对比各层段返排量

依据每层入井液量及所用示踪剂质量计算出示踪剂与该层液量的比,可知一定质量示踪剂代表

的入井液量,如标记 100 m³ 压裂液使用 1 g WPT-1,即 WPT-1 的使用浓度为 0.01 g/m³,由于示踪剂用量各不相同,因此以比值最高的示踪剂浓度作为基准,其它示踪剂使用浓度与其的比值作为校正系数,以此系数求取校正浓度,即校正后的曲线即可直接反应出各层段的实际相对的返排量,结果如图 4 所示。

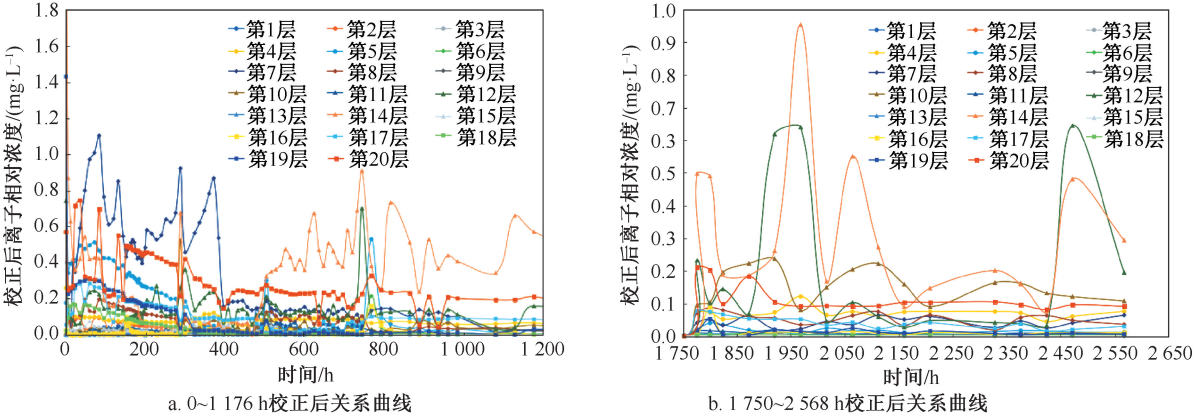


图 4 返排液中示踪剂返排时间-浓度关系曲线
Fig. 4 Relationship between tracer backflow time and corrected concentration in backflow liquid

由图 4 可知,前期各层段出液量顺序由多至少依次为:第 7 层、第 14 层、第 20 层、第 12 层、第 5 层、第 17 层、第 19 层等;排液后期各层段出液量顺序由多至少依次为:第 14 层、第 7 层、第 20 层、第 12 层、第 10 层、第 17 层等。

2.2.3 计算各层段产液剖面

利用所测出的各层段示踪剂浓度时间曲线及测试浓度数据,以及排液过程中排液速率的实时数据,计算每种示踪剂返出的总质量,即

$$M_n = \sum ([C]_n t) v \quad (n = 1, 2, \dots, 20) \quad (1)$$

式中: M_n 为返排液中第 n 段所用示踪剂质量, g; $[C]_n$ 为返排液中第 n 段所用示踪剂浓度, g/m³; t 为所需计算产液剖面时间段, h; v 为排液速率, m³/h。

再依据示踪剂原始使用浓度,可计算出该示踪剂对应标记的液量。通过不同时间段的分段计算,可得出所需的时段内产液剖面及随时间累积各层段产量的变化情况。

依据返排液量半定量拟合结果,绘制不同时段产液剖面如图 5、图 6 和图 7 所示。

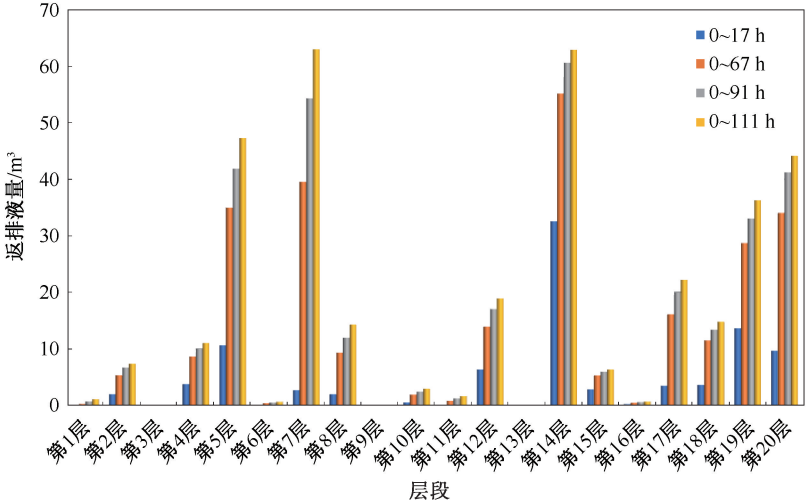


图 5 0~111 h 各层出液增长情况
Fig. 5 Growth of liquid output in each layer at 0~111 hours

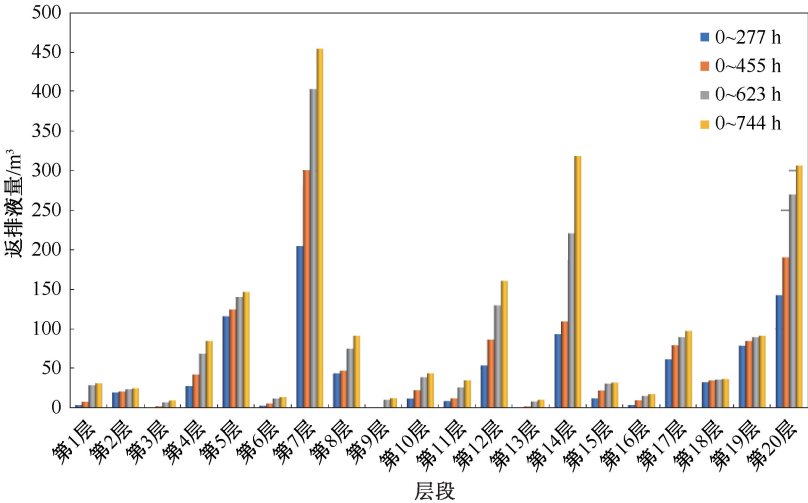


图 6 0~744 h 各层出液增长情况
Fig. 6 Growth of liquid output in each layer at 0-744 hours

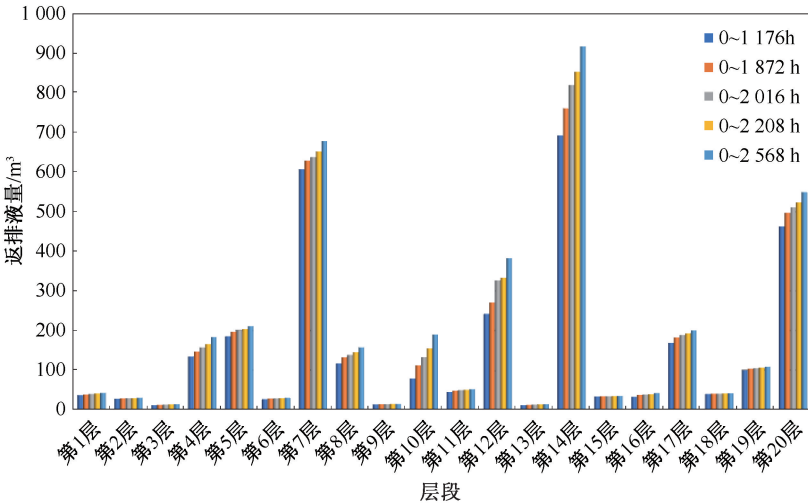


图 7 0~2 568 h 各层出液增长情况
Fig. 7 Growth of liquid output in each layer at 0-2 568 hours

由图可知,返排初期第 7 层、第 5 层、第 14 层、第 20 层液量较高,中期第 20 层、第 12 层液量增长明显,后期累积排量由多到少大致为:第 14 层、第 7 层、第 20 层、第 12 层、第 10 层、第 17 层、第 5 层、第 4 层、第 8 层、第 19 层等。

3 结论

(1)以微量元素氯化物、络合剂为原料,合成了 20 种微量物质示踪剂并进行性能评价,具有检出限低、稳定性好,互相之间无干扰等特点,与压裂液配伍性好,可满足多层段压裂井的示踪监测。

(2)20 种微量物质系列示踪剂在吉岩油 X 水平井共标记 20 段,经过取样检测分析得出,该井 20 个层段的具体的产液时间、产液量变化,对比出同

时段产液量多少,并计算得到了该井各层段产液剖面等数据。

(3)本次利用微量物质示踪剂的监测过程得到该井几个产液的主力层,可将实际排液情况与地质资料中的甜点层对比,为该区块后续压裂设计提供了依据。同时,为此类示踪诊断及计算分析研究提供参考。

致谢:感谢渤海钻探工程有限公司重大研发项目“油气井压后各层段生产能力示踪诊断技术研究”(2019ZD09K-02)资金支持;感谢科技处及项目组人员对本研究的辛勤付出。

参考文献

[1] 郭建春,梁豪,赵志红,等. 页岩气水平井分段压裂优化设计方法——以川西页岩气藏某水平井为例[J]. 天然气工业,2013, 33(12):82-86.

- GUO Jianchun, LIANG Hao, ZHAO Zhihong, et al. An optimal design of multi-stage fracturing for horizontal shale gas wells: A case study from the western Sichuan basin [J]. Natural Gas Industry, 2013, 33(12): 82-86.
- [2] 范宇, 周小金, 曾波, 等. 密切割分段压裂工艺在深层页岩气 Zi-2 井的应用 [J]. 新疆石油地质, 2019, 40(2): 223-227.
- FAN Yu, ZHOU Xiaojin, ZENG Bo, et al. Application of intensive staged fracturing technology in deep shale gas Well Zi-2 [J]. Xinjiang Petroleum Geology, 2019, 40(2): 223-227.
- [3] 刘鹏, 许杰, 徐刚, 等. 渤中 25-1 油田低渗透储层水平井分段压裂先导试验 [J]. 油气井测试, 2018, 27(3): 52-57.
- LIU Peng, XU Jie, XU Gang, et al. Pilot test of horizontal well staged fracturing for low permeability reservoirs in BZ25-1 Oilfield [J]. Well Testing, 2018, 27(3): 52-57.
- [4] 张云鹏, 杨生文, 赵战江, 等. 临兴区块致密砂岩气藏裸眼水平井分段压裂技术 [J]. 油气井测试, 2021, 30(2): 61-66.
- ZHANG Yunpeng, YANG Shengwen, ZHAO Zhanjiang, et al. Staged fracturing technology of open hole horizontal well in tight sandstone gas reservoir of Linxing block [J]. Well Testing, 2021, 30(2): 61-66.
- [5] 王妍妍, 刘华, 王卫红, 等. 基于返排产水数据的页岩气井压裂效果评价方法 [J]. 油气地质与采收率, 2019, 26(4): 125-131.
- WANG Yanyan, LIU Hua, WANG Weihong, et al. Evaluation of shale gas well fracturing performance based on flowback water production data [J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2019, 26(4): 125-131.
- [6] 薛成国. 大牛地气田压裂水平井压裂液返排率研究 [J]. 中国海上油气, 2017, 29(2): 123-126.
- XUE Chengguo. Study on the flowback rate of fracturing fluids in the horizontal wells in Daniudi gas field [J]. China Offshore Oil and Gas, 2017, 29(2): 123-126.
- [7] 范学君. 大庆徐深气田致密气藏间歇开井增产机理 [J]. 油气井测试, 2020, 29(5): 14-20.
- FAN Xuejun. Production stimulation mechanism of intermittent well opening in tight gas reservoirs in Daqing Xushen gas field [J]. Well Testing, 2020, 29(5): 14-20.
- [8] 蒋国斌, 才庆, 杨景海, 等. 基于大规模多段压裂水平井返排数据的压裂效果评价方法 [J]. 油气井测试, 2019, 28(2): 14-19.
- JIANG Guobin, CAI Qing, YANG Jinghai, et al. Fracturing effect evaluation method based on flowback data of horizontal well with large-scale multi-stage fracturing [J]. Well Testing, 2019, 28(2): 14-19.
- [9] LI L K, JIANG H Q, LI J J, et al. Fracture quantitative characterization using tracer flowback for multistage fracturing horizontal well in tight oil [C]. SPE 181972, 2016.
- [10] MULKERN M E, ASADI M, MCCALLUN S. Fracture Extent and Zonal Communication Evaluation Using Chemical Gas Tracers [C]. SPE 138877, 2010.
- [11] RAMIREZ-CARO D, TOTTE M, CHAUDHURI S, et al. Rare earth elements (REE) as transformation indicators of organic matter; case study of the woodford shale, north central oklahoma [C]. SPE 1619764, 2013.
- [12] SALMAN A, KURTOGLU B, KAZEMI H, et al. Analysis of chemical tracer flowback in unconventional reservoirs [C]. SPE 171656, 2014.
- [13] TONG S, MOGHANLOO R G, WEI T. Interpretation of interwell chemical tracer tests in layered reservoirs with limited crossflow [J]. Journal of Petroleum Science & Engineering, 2018(167): 466-479.
- [14] TIAN W, WU X, SHEN T. Improved method of moments to determine mobile phase saturations with single well chemical tracer test [C]. SPE 189300, 2019.
- [15] JERAULD G R, MOHAMMADI H, WEBB K J. Interpreting single well chemical tracer tests [C]. SPE 129724, 2010.
- [16] HUSEBY O, SAGEN J, DUGSTAD O. Single well chemical tracer test-fast and accurate simulations [C]. SPE 155608, 2012.
- [17] 陈鹏飞. 四川长宁-威远页岩气藏压裂液研究及应用 [D]. 成都: 西南石油大学, 2018.
- CHEN Pengfei. Study and application of shale gas fracturing fluid in Changning-Weiyuan of Sichuan [D]. Chengdu: Southwest Petroleum University, 2018.

编辑 刘振庆

第一作者简介: 常青, 女, 1984 年出生, 硕士, 高级工程师, 2009 年毕业于西安交通大学化学工程与技术专业, 现主要从事油田化学方面的研究工作。电话: 022-25967221, 18622992873; Email: chang_qing@cnpc.com.cn。通信地址: 天津市滨海新区大港油田渤海钻探工程技术有限公司, 邮政编码: 300280。