

ICS 75.020

CCS E 14

CIESC

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

注水井调驱用聚合物微球

Polymer microspheres for profile control and displacement in water

injection wells

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：长庆油田分公司油气工艺研究院、中国化工学会、西安长庆化工集团有限公司、西安石油大学、中科院理化技术研究所。

本文件主要起草人：郑力军、杨海恩、武宝强、吕宝强、吴天江、刘云龙、程芳、张荣、王腾、朱家杰、王骏、陈佳俊、曾立祥、叶智、赵文景、王燕、高辉、任建科、施盟泉、南宇。

注水井调驱用聚合物微球

警示：本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了注水井调驱用聚合物微球的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存与运输控制要求。

本文件适用于反相（微）乳液法合成的注水井调驱用聚合物微球。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SY/T 5862 驱油用聚合物技术要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

注水井调驱 profile control and displacement in injection wells

通过向注水井中注入化学剂或其他物质，调整注入水在地层中的吸水剖面，扩大水驱波及体积，驱替常规水驱无法波及到的剩余油，从而改善注水开发效果，提高水驱采收率。

3.2

聚合物微球 nano-polymer microspheres

以丙烯酰胺和 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸为主料，用反相（微）乳液法合成的聚合物，其在水相中逐步膨胀，且膨胀前后颗粒形态接近球形。

3.3

粒径中值 D₅₀ median grain size

指一个样品的累计粒度分布百分数达到 50%时所对应的粒径, WQ50 代表 D₅₀ 设计值为 50nm 的试样、WQ100 代表 D₅₀ 的设计值为 100nm 的试样、WQ300 代表 D₅₀ 的设计值为 300nm 的试样。

3. 4**最频粒径的频度 frequency percentage of the mode**

表示在粒度分布中, 试样粒径出现概率最高时所对应的百分比含量。

3. 5**聚合物固形物粉末分散液 solid polymer powder dispersion**

指经过乙醇萃取的纳米聚合物微球, 干燥得到的固体粉末重新分散在水相中, 形成的分散液体系。

3. 6**低剪切速率粘度 low shear rate viscosity**

在 25℃下, 剪切速率为 0.01rpm 时, 质量浓度为 1%的聚合物微球水溶液的表观粘度。

4 技术要求

注水井调驱用聚合物微球的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 注水井调驱用聚合物微球的技术要求指标

项 目	指 标		
	WQ50	WQ100	WQ300
外观	淡黄色至黄色均匀透明液体		
密度 (25℃) / (g/cm ³)	0.900~1.100		
原液粘度 (25℃) / (mPa · s)	≤	2000	
初始粒径	粒径中值 D ₅₀ /nm	设计值 × (1±40%)	
	最频粒径的频度/%	12	
可分离固形物含量/%	≥	18	20
低剪切速率粘度/ (mPa · s) (25℃, 1wt%, SSA18/13R, 0.01rpm)	>	250000	60000
聚合物固形物粉末分散液电导率/ (μS/cm)	≤	20	
硫元素含量/%	≥	2.0	
封堵性能/%	≥	80.0	

5 试验方法

警示：试验方法规定的一些过程可能会导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 外观

在自然光下，取 50.0 mL 试样于 100 mL 比色管中目测。

5.2 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 密度计法的规定在 25°C 下进行测定。

5.3 原液粘度的测定

5.3.1 原理

利用转子在流体中恒速旋转，测量流体因粘性阻力所产生的扭矩，结合扭矩和转子的几何尺寸，计算出流体所受的剪切应力。根据公式：粘度=剪切应力 / 剪切速率，计算特定剪切速率下的表观粘度。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 标准盐水 III：符合 SY/T 5862 驱油用聚合物技术要求。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 量筒：250mL。

5.3.3.2 烧杯：50mL、250mL。

5.3.3.3 恒温水浴锅：控温范围 5°C ~ 100°C，控温精度±0.1°C。

5.3.3.4 旋转粘度计：布氏旋转粘度计（带 UL 转子）。

5.3.4 试验步骤

量取 100.0mL 试样，精确至 0.01mL，置于 250mL 烧杯中。将烧杯置于 25°C 水浴锅中保温 30min 后取出，待气泡消失后备用。开启布氏粘度计，将 UL 转子与粘度计相连，设定转速为 6r/min，量取 15.0mL 试样，精确至 0.01mL，置于测量筒中。将测量筒安装至粘度计，恒温 10min 后开始测试，待显示值相对稳定后读取粘度数值。

取 3 次平行测定结果的算术平均值为测定结果，3 次平行测定结果的相对标准偏差应不大于 5.0%。

5.4 初始粒径的测定

5.4.1 原理

基于不同粒径颗粒对光的散射差异，数学反演得到以体积（或质量）为基准的粒度分布表，通过对体积分布数据累积计算，得到累计体积百分数为 50% 时的粒径数值。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 正十五烷 ($C_{15}H_{32}$)：分析纯。

5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 电子天平：感量 0.01g。

5.4.3.2 烧杯：250mL。

5.4.3.3 磁力搅拌器：配“一”字型转子，长度 250mm，搅拌速度范围 $200\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ ~ $1600\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

5. 4. 3. 4 超声波清洗仪：超声频率 40kHz，超声功率 400W。

5.4.3.5 激光粒度仪：测试范围 3nm~50 μm，精度 1nm。

5.4.4 试验步骤

称取 0.5g 试样，精确至 0.01g，置于洁净的 250mL 烧杯中，加入 100mL 的正十五烷，设置磁力搅拌器转速为 $300\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ ，搅拌 10min，随后放入超声波清洗仪中超声分散 5min 备用。按照激光粒度仪操作规程测定试样的粒径中值，记为 D₅₀，并记录最频粒径的频度。

5.5 可分离固形物含量的测定

5.5.1 原理

根据乙醇等极性溶剂与白油间的极性差异，对聚合物微球进行萃取分离，得到可分离固形物。

5.5.2 试剂与材料

5.5.2.1 无水乙醇：分析纯。

5.5.3 仪器和设备

5.5.3.1 称量瓶: 60mm×30mm, 并配磨口塞。

5. 5. 3. 2 烧杯：250mL。

5.5.3.3 定量滤纸: $\Phi 7\text{cm}$ 。

5.5.3.4 电热恒温干燥箱：室温至250℃，控温精度±1℃。

5.5.3.5 抽滤装置：功率180W，单头抽气量 $10\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$ ，最大真空度0.098MPa。

5. 5. 3. 6 分析天平：感量0.0001g。

5.5.4 试验步骤

将称量瓶和一张定量滤纸置于 105°C 的电热恒温干燥箱中干燥 2h, 称其总质量, 记作 m_1 , 精确至 0.0001g。

称取 10g(记为 m)试样, 精确至 0.0001g, 置于烧杯中, 在玻璃棒搅拌下一次性加入无水乙醇 100mL, 持续搅拌 5min, 备用。

安装抽滤装置开始过滤，按照 10mL/次量取无水乙醇，洗涤烧杯及玻璃棒三次，将试样溶液完全转移至滤纸表面。抽滤结束，将滤渣及滤纸同时转移至称量瓶中，置于 75°C 恒温烘燥箱中 2h，取出后置于干燥器中冷却至室温，称量其总质量（记为 m_2 ），精确至 0.0001g。

5.5.5 数据处理

可分离固体物含量 C , 以% (质量分数) 表示, 按式 (1) 计算:

$$C = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

m_2 ——烘干后滤渣、称量瓶和滤纸的总质量，单位为克(g)；

m_1 —空称量瓶和滤纸质量，单位为克(g)；

m—试样质量, 单位为克 (g)。

取 3 次平行测定结果的算术平均值为测定结果，3 次平行测定结果的相对标准偏差应不大于 2.0%。

5.6 低剪切速率粘度

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 去离子水：符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.6.1.2 固形物粉末：由 5.5.4 所得。

5.6.2 仪器和设备

5.6.2.1 烧杯：100mL。

5.6.2.2 电子天平：感量 0.01g。

5.6.2.3 普通恒温水浴锅：控温范围 5°C ~ 100°C，控温精度±0.1°C。

5.6.2.4 旋转粘度计：布氏旋转粘度计（带 UL 转子），配套 SSA18/13R 小量样品适配器套装配件。

5.6.2.5 磁力搅拌器：配“一”字型转子，长度 250mm，搅拌速度范围 200r · min⁻¹~1600r · min⁻¹。

5.6.3 试验步骤

称取 19.8g 去离子水，精确至 0.01g，置于 100 mL 烧杯中。将烧杯置于磁力搅拌器上保持 400r · min⁻¹ 的转速，搅拌下产生稳定旋涡，将 0.2 g 称量好的固形物粉末缓慢倒入旋涡中，确保无粘壁和团聚，持续搅拌 5 h，置于 25°C 水浴锅中保温 30min 后取出，待气泡消失后备用。

开启布氏粘度计，将 UL 转子与粘度计相连，设定转速为 0.01r/min，量取 6.7mL 试样溶液于 SSA18/13R 样品测量筒中，安装至粘度计，水浴 25°C 恒温 15 min 开始测试，待显示值相对稳定后读取粘度数值。

取 3 次平行测定结果的算术平均值为测定结果，3 次平行测定结果的相对标准偏差应不大于 5.0%。

5.7 聚合物固形物粉末分散液电导率的测定

5.7.1 原理

基于欧姆定律，通过测量试样的固形物粉末分散液的电导来推算其电导率。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 去离子水：符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

5.7.2.2 固形物粉末：由 5.5.4 所得。

5.7.3 仪器和设备

5.7.3.1 烧杯：100mL。

5.7.3.2 电子天平：感量 0.01g。

5.7.3.3 电导率仪：测量范围 0.05 μS~500mS，精度±1%，温度补偿范围 0~100°C。

5.7.3.4 磁力搅拌器：配“一”字型转子，长度 250mm，搅拌速度范围 200r · min⁻¹~1600r · min⁻¹。

5.7.4 试验步骤

称量 99.9g 去离子水，精确至 0.01g，置于 100 mL 烧杯中。将烧杯置于磁力搅拌器上保持 800r · min⁻¹ 的转速，搅拌下产生稳定旋涡，将 0.1 g 称量好的固形物粉末缓慢倒入旋涡中，确保无粘壁和团聚，持

续搅拌 3h，采用电导率仪测定试样的固形物粉末电导率。

取3次平行测定结果的算术平均值为测定结果，3次平行测定结果的相对标准偏差应不大于5.0%。

5.8 硫元素含量的测定

5.8.1 原理

试样的可分离固形物粉末高温燃烧后硫元素转化为二氧化硫气体，对特定波长的红外光具有选择性吸收作用。根据朗伯-比尔定律，可知硫元素含量百分比。

5.8.2 试剂和材料

5. 8. 2. 1 磺胺嘧啶：分析纯。

5.8.2.2 固形物粉末：由 5.5.4 所得。

5.8.3 仪器和设备

5. 8. 3. 1 玛瑙研钵：直径 90mm。

5.8.3.2 分析天平：感量 0.0001g。

5.8.3.3 标准筛：100 目。

5.8.3.4 元素分析仪：测量范围 0.02-10mg，燃烧温度 1200℃。

5.8.3.5 电热恒温干燥箱：室温至 250℃，控温精度±1℃。

5.8.4 试验步骤

首先，取一定量试样的固形物粉末碾碎，然后用 100 目标准筛过滤，收集过滤出的粉末置于 105℃ 烘箱中 1h，转移至干燥器中冷却至室温，备用。

称取 0.003g 磷胺嘧啶，精确至 0.0001g，按照元素分析仪操作规程对其进行标定。

称取 0.004g 过筛的固形物粉末（记为 m_0 ），精确至 0.0001g，放入自动进样器，对样品进行自动检测，结果记为 m_1 。

5.8.5 数据处理

硫元素含量 S, 以% (质量分数) 表示, 按式 (2) 计算:

$$S = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

m_1 ——硫元素质量, 单位为克 (g);

m_0 —试样质量, 单位为克 (g)。

取3次平行测定结果的算术平均值为测定结果，3次平行测定结果的相对标准偏差应不大于5.0%。

5.9 封堵率的测定

5.9.1 原理

通过模拟井下温度和压力条件，让待测流体流经一个能代表地层孔隙的过滤介质，通过测量流体通过该介质的流量或速度的变化，来计算过滤因子，并进一步评估其封堵效率。

5.9.2 试剂和材料

标准盐水 III：符合 SY/T 5862 驱油用聚合物技术要求。

5.9.3 仪器和设备

5.9.3.1 烧杯：2000mL。

5.9.3.2 电子天平：0.01g。

5.9.3.3 聚四氟乙烯广口瓶：2000mL。

5.9.3.4 聚碳酸酯滤膜：0.2μm，直径 47mm。

5.9.3.5 磁力搅拌器：配“一”字型转子，长度 250mm，搅拌速度范围 200r · min⁻¹~1600r · min⁻¹。

5.9.3.6 电热恒温干燥箱：室温至 250℃，控温精度±1℃。

5.9.3.7 过滤因子测定仪。

5.9.4 试验步骤

称量 999g 标准盐水 III，精确至 0.01g，置于 2000 mL 烧杯中。将烧杯置于磁力搅拌器上保持 300r · min⁻¹ 的转速，搅拌下产生稳定旋涡，将 1.0g（精确至 0.01g）称量好的试样缓慢倒入旋涡中，持续搅拌 20min，配制成质量浓度为 0.1% 的聚合物微球分散液，转移至 2000mL 聚四氟乙烯广口试剂瓶中，室温下放置 4 天，备用。

在过滤因子测定仪中放入 0.2μm 的滤膜，加入 500mL 标准盐水 III，设置测试压力为 0.2MPa，测量 3min 的滤液体积，记作 V_1 ；更换新滤膜后加入 500mL 聚合物微球分散液，保持测试压力为 0.2MPa，测量 3min 的滤液体积，记作 V_2 。

称取 999.00g 标准盐水 III 置于 2000mL 烧杯中，设置磁力搅拌转速为 300r · min⁻¹，加入 1.00g 试样后持续搅拌 20min，配制成质量浓度为 0.10% 的聚合物微球分散液，放入 2000mL 聚四氟乙烯广口试剂瓶中，在现场地层温度或 70℃±1℃ 的电热恒温干燥箱中恒温老化 4 天，备用。

在过滤因子测定仪中放入 0.2μm 的滤膜，加入 500mL 老化后的聚合物微球分散液，保持测试压力为 0.2MPa，测量 3min 的滤液体积，记作 V_3 。

5.9.5 数据处理

封堵率 E_1 ，以%（体积分数）表示，按式（3）计算：

$$E_1 = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

V_1 ——标准盐水 III 滤液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——标准盐水 III 中微球分散液的滤液体积，单位为毫升（mL）。

老化的封堵率 E_0 ，以%（体积分数）表示，按式（4）计算：

$$E_0 = \frac{V_1 - V_3}{V_1} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

V_1 ——去离子水的滤液体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——标准盐水 III 配制的微球分散液的滤液体积，单位为毫升（mL）。

封堵保留率 E_d , 以%表示, 按式(5)计算:

$$E_d = \frac{E_0}{E_1} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

取3次平行测定结果的算术平均值为测定结果，3次平行测定结果的相对标准偏差应不大于5.0%。

6 检验规则

6.1 采样

6.1.1 每 30t 进行一批次产品质检，不足 30t 按照 30t 取样。按照 GB/T 6680 规定采样，每批次随机抽取样品数 ≥ 3 个。采样前，将包装桶倒置 10 分钟，摇动包装桶 30 次，使之均匀，采样总量不得少于 900mL，等量分装于清洁、干燥的三个取样瓶中，密封、粘贴样品标签。

6.1.2 样品标签应注明：产品名称、产品型号、批号、采样地点、采样日期、采样人。

6.1.3 三份样品一份用于检验、一份用于复检、一份至少保存3个月以备仲裁。

6.2 检验和判定

按本文件给出的试验方法对所采样品进行检验，检验结果全部满足本文件要求，该批产品为合格。检验结果有一项指标或参数不满足要求，应重新按 6.1 条的规定从同批次产品 2 倍量的包装单元中取样进行复检，复检结果仍不符合本文件技术要求时，则判定该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

产品包装或合格证上印有醒目的生产厂名、产品名称、型号、执行标准、净重、有效期、批号、保质期等信息。

产品采用清洁、干燥、密封、容量为25kg或1000kg的塑料桶包装。每桶净质量为25kg+0.5kg或1000kg+5.0kg，或按用户要求进行包装。

本产品应贮存在0℃以上的干燥、通风处，按规格分类存放，本品在常温下贮存有效期为12个月。一年内若有轻微分层，搅匀后不影响使用。运输过程中应避免与尖状物品混运，装卸时应轻装轻卸，防止摔碰、曝晒、雨淋。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn