

ICS 75.020
E 13
备案号 : 65538—2018



中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5886—2018
代替 SY/T 5886—2012

酸化工作液性能评价方法

Methods for evaluating performances of acidizing fluids

2018—10—29 发布

2019—03—01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	2
6 酸化工作液试样制备	3
7 酸化工作液性能测试	4
8 功能性酸酸化工作液性能	9
9 酸液性能测定结果录入格式	9
10 安全与环境控制要求	9
附录 A (规范性附录) 稠化酸性能评价方法	10
附录 B (规范性附录) 交联酸性能评价方法	11
附录 C (规范性附录) 乳化酸性能评价方法	13
附录 D (资料性附录) 盐酸溶液浓度与密度对照表	14
附录 E (资料性附录) 静态酸岩反应速度实验装置示意图	16
附录 F (资料性附录) 酸液性能测定结果表格式	17
参考文献	18

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 SY/T 5886—2012《缓速酸性能评价方法》，与 SY/T 5886—2012 相比主要技术变化如下：

- 标准名称由原来的《缓速酸性能评价方法》改为《酸化工作液性能评价方法》；
- 修改了范围（见第1章，2012年版的第1章）；
- 修改了规范性引用文件（见第2章，2012年版的第2章）；
- 增加了常规盐酸、常规土酸和功能性酸的定义，删除了原来的术语和定义（见第3章，2012年版的第3章）；
- 增加了所用的试剂和材料（见第4章）；
- 修改了“氢氟酸”和“煤油或柴油”（见第4章，2012年版的第4章）；
- 删除了“氯化铵”和“缓蚀剂”（见2012年版的第4章）；
- 修改了所用的仪器和设备（见第5章，2012年版的第5章）；
- 修改了“搅拌器”“黏度计”（见第5章，2012年版的第5章）；
- 删除了“烧杯”“塑料瓶”“细口瓶”“玻璃砂芯漏斗”“定时钟”“秒表”“称量瓶”“锥形瓶”“铁架台”“滴定管夹”“托盘天平”（见2012年版的第5章）；
- 修改了酸液体系的制备（见第6章，2012年版的第6章）；
- 增加了缓蚀能力测试方法（见7.1）；
- 增加了溶蚀率测试方法（见7.2）；
- 修改了缓速性能测定方法，删除了缓速性能测定的动态实验方法和所用的试剂和材料（见7.3，2012年版的7.2）；
- 增加了稳定铁离子(Fe^{3+})能力测试方法（见7.4）；
- 增加了表界面张力测试方法（见7.5）；
- 增加了防乳化能力测试方法（见7.6）；
- 增加了配伍性测试方法（见7.7）；
- 增加了酸渣测试方法（见7.8）；
- 增加了常规土酸砂岩酸化效果（见7.9）；
- 增加了非常规酸测试方法（见第8章、附录A、附录B和附录C）；
- 增加了安全与环境控制要求（见第10章）。

本标准由油田化学剂专业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油勘探开发研究院压裂酸化技术服务中心、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司天然气研究院、中国石化胜利油田石油工程技术研究院、新疆油田分公司实验检测研究院。

本标准主要起草人：管保山、刘玉婷、梁利、胥云、刘萍、翟文、王欣、李伟、刘友权、张云芝、赵俊桥、丁湘华、彭健。

本标准代替了 SY/T 5886—2012。

SY/T 5886—2012 的历次版本发布情况为：

——SY/T 5886—1993。

酸化工作液性能评价方法

1 范围

本标准规定了碳酸盐岩及砂岩酸化用工作液性能测试方法。

本标准适用于评估碳酸盐岩及砂岩酸化工作液性能。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SY/T 5107 水基压裂液性能评价方法

SY/T 5405 酸化用缓蚀剂性能试验方法及评价指标

SY/T 6571 酸化用铁离子稳定剂性能评价方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

常规盐酸 conventional hydrochloric acid

用于碳酸盐岩储层油气井酸化和酸压作业的酸液体系。常规盐酸浓度一般在 15%~28%，以 20% 居多。

3.2

常规土酸 conventional mud acid

用于砂岩储层酸化中处理含灰质成分，是一定浓度的常规酸和氢氟酸混合而成的酸液的俗称。一般由 12% 盐酸和 3% 氢氟酸组成。

3.3

功能性酸液 functional acid

为了使酸液满足储层条件下油气井酸化、酸压裂工艺要求，在酸液中添加各种功能性添加剂所形成的酸液体系。

4 试剂和材料

4.1 蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.2 盐酸：分析纯。

- 4.3 氟化氢铵 (NH_4HF_2) : 分析纯。
- 4.4 碳酸钙 : 分析纯。
- 4.5 钢片 : 符合 SY/T 5405 中对钢片的要求。
- 4.6 丙酮或石油醚 : 化学纯。
- 4.7 乙醇 : 无水乙醇, 分析纯 ; 95% 乙醇, 分析纯。
- 4.8 天然岩心 : 碳酸岩岩心、砂岩岩心。
- 4.9 酚酞 : 分析纯。
- 4.10 氢氧化钠 : 分析纯。
- 4.11 煤油 : 航空煤油。
- 4.12 原油 : 含水质量分数不大于 0.5%。
- 4.13 汽油 : 工业品。
- 4.14 柴油 : -10#。

5 仪器和设备

- 5.1 量筒 : 10mL, 50mL, 100mL, 250mL, 500mL 等。
- 5.2 电子天平 : 感量 0.0001g, 0.001g, 0.01g。
- 5.3 精密 pH 试纸 : 精度 0.1 级, 范围 0.5 ~ 5.5。
- 5.4 游标卡尺 : 精度 $\pm 0.02\text{mm}$ 。
- 5.5 电热恒温水浴锅 : 工作温度为室温 ~ 100°C, 控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。
- 5.6 秒表 : 精度 $\pm 0.01\text{s}$ 。
- 5.7 动态腐蚀测试仪 : 旋转岩盘或同类产品仪器。
- 5.8 标准筛 : $\phi 200 \times 50$ —0.150/0.10, 符合 GB/T 6003.1 中对金属丝直径和网孔尺寸的规定。
- 5.9 定量滤纸 : 快速 (孔径为 80 μm ~ 120 μm)。
- 5.10 电热恒温干燥箱 : 工作温度为室温 ~ 200°C 或 250°C, 控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。
- 5.11 碱式滴定管 : 50mL。
- 5.12 磨片机 : JKTM-8 型程控磨片机或相同型号产品。
- 5.13 切片机 : PCSS-416 岩心切片机或相同型号产品。
- 5.14 静态酸岩反应速度实验装置 (参见附录 E) : 500mL (或者 2000mL 烧杯, 土酸用塑料烧杯)。
- 5.15 表界面张力仪 : K100C 或同类产品, 精度为 $\pm 0.01\text{mN/m}$ 。
- 5.16 金属丝编织网试验筛 : $\phi 50 \times 25$ —0.150/0.10, 符合 GB/T 6003.1 中对金属丝直径和网孔尺寸的规定。
- 5.17 混调器 : 可调速吴茵混调器或同类仪器。
- 5.18 常压同轴圆筒黏度计 : 六速旋转黏度计或同类仪器。
- 5.19 高温高压同轴圆筒旋转黏度计 : 采用同轴圆筒测试方法的高温高压冻胶黏度测试仪器, 控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。
- 5.20 耐酸密闭容器。
- 5.21 品氏毛细管黏度计。
- 5.22 具塞量筒 : 100mL。
- 5.23 真空泵 : 抽气流量 2L/s ~ 4L/s, 额定真空度 $6.66 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 。
- 5.24 耐酸岩心流动实验仪。

6 酸化工作液试样制备

6.1 盐酸

根据使用浓度，按公式（1）和公式（2）计算配制一定体积、一定质量分数的盐酸溶液所需要的盐酸和蒸馏水的用量（不同浓度的盐酸溶液密度参见附录D）。配制时，将盐酸慢慢加入到蒸馏水中，并不断搅拌直至均匀，定容后保存在玻璃细口瓶中待用。

盐酸用量按公式(1)计算：

$$V_0 = \frac{V\rho W}{\rho_0 W_0} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

V_0 ——盐酸用量，单位为毫升 (mL)；

ρ_0 ——盐酸密度，单位为克每立方厘米 (g/cm^3)：

W_0 —盐酸质量分数, 用百分数表示。

V—所要配制的盐酸溶液体积，单位为毫升（mL）。

ρ ——所要配制的盐酸溶液密度，单位为克每立方厘米 (g/cm^3)。

W —所要配制的盐酸溶液质量分数。用百分数表示。

蒸馏水用量按公式(2)计算：

式中：

V_w ——蒸馏水的用量，单位为毫升 (mL)。

小例：

条件及要求：用浓度为 37% 的盐酸，配制 500mL 20% 的盐酸溶液。

根据公式(1)计算：

$$V_0 = \frac{500 \times 1.0998 \times 20\%}{1.1857 \times 37\%} = 250.69 \text{ (mL)}$$

根据公式(2)计算：

$$V_w = 500 - 250.69 = 249.31 \text{ (mL)}$$

配制时，将盐酸慢慢加入到蒸馏水中，并不断搅拌直至均匀，定容后保存在玻璃细口瓶中待用。

6.2 盐酸工作液

盐酸工作液的配制中，盐酸用量 V_0 按公式（1）计算，其他添加剂按配方以质量分数加入。添加剂的量按公式（3）计算，从蒸馏水中扣除，蒸馏水的量按公式（4）计算。

$$m_n = V\rho W_n \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

m_n ——添加剂质量, $n=1,2,3,\dots$, 单位为克 (g);

W_n ——添加剂质量分数, $n=1,2,3,\dots$, 用百分数表示。

$$V''_w = V_w - \frac{m_n}{\rho_w} \dots \dots \dots \quad (4)$$

中式

V'' —配制的盐酸工作液中蒸馏水用量，单位为毫升（mL）。

W 二例

条件及要求：用浓度为 37% 的盐酸，配制 500mL 盐酸工作液。盐酸工作液配方：20% 盐酸 +3% 缓蚀剂 +0.5% 助排剂

根据公式(1)计算,

$$V_0 = \frac{500 \times 1.0998 \times 20\%}{1.1857 \times 37\%} = 250.69 \text{ (mL)}$$

根据公式(2)计算:

$$V_+ \equiv 500 - 250.69 = 249.31 \text{ (mL)}$$

其他添加剂的量按质量分数计算：

$$\text{缓蚀剂用量 } m = 500 \times 3\% \times 1.0998 = 16.50 \text{ (g)}$$

$$助排剤用量 m_1 = 500 \times 0.5\% \times 1.0998 = 2.75 \text{ (g)}$$

添加剂的量从蒸馏水由扣除，则蒸馏水用量根据公式(4)计算：

$$V'' = 249.31 - (16.50/1.0) - (2.75/1.0) = 230.06 \text{ (mL)}$$

配制时，将盐酸慢慢加入到蒸馏水中，并不断搅拌直至均匀，再缓慢加入缓蚀剂和助排剂，搅拌均匀，定容后保存在玻璃细口瓶中待用。

6.3 热塑土酸

常规土酸的配制方法与 6.1 规定的方法相同，把氢氟酸作为添加剂处理。与氢氟酸接触的仪器用塑料或聚四氟乙烯材质的。

64 王齡

取按 6.1 或 6.3 规定的方法制备的酸液，向其中慢慢加入碳酸钙，边加入边搅拌，用精密 pH 试纸测试溶液 pH 值。当 pH 值达到 3~4 时停止加入碳酸钙，静置，按质量分数加入其他添加剂（按照 6.2 规定），过滤，待用。

7 酸化工作液性能测试

7.1 缓冲能力

7.1.1 实验准备

实验材料按以下步骤准备：

- a) 钢片：按 SY/T 5405 的规定准备。用游标卡尺测量钢片的尺寸，记录长、宽、高。在丙酮或石油醚中用软刷清洗除去钢片上的油渍，将钢片置于无水乙醇中浸泡 2min 后取出，用冷风吹干，放入干燥器内 30min 后称量，记录钢片质量 m_1 （精确至 0.0001g）。

b) 酸液用量：钢片表面积 (cm^2) : 酸液体积 (mL) = 1 : 20。

7.1.2 实验步骤

7.1.2.1 常压静态腐蚀实验步骤

按 6.1, 6.2 或 6.3 的方法制备酸液。根据钢片表面积, 按 7.1.1 中 b) 计算出酸液用量, 量好将其倒入玻璃广口瓶(常规土酸用聚四氟乙烯瓶)中, 置于电热恒温水浴锅(100℃以内)加热, 待酸液温度达到实验温度后, 将塑料细线系在钢片孔上, 放入玻璃广口瓶(常规土酸用聚四氟乙烯瓶)中, 使钢片能完全浸入到酸液中并悬空。开始计时, 反应 4h 后结束实验, 取出钢片, 用清水冲洗后再用丙酮清洗干净, 将钢片置于无水乙醇中浸泡 2min 后取出, 用冷风吹干, 放入干燥器内 30min 后称量。称量并记录钢片质量 m_2 (精确至 0.0001 g)。

腐蚀速率按公式(5)计算:

$$v = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^4}{tA} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

v ——常压静态腐蚀速率, 单位为克每平方米小时 [$\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$];

m_1 —实验用钢片反应前质量, 单位为克 (g)。

m_2 —实验用钢片反应后质量，单位为克 (g)；

t—实验时间, 单位为小时 (h) ;

A—实验用钢片表面积, 单位为平方厘米 (cm^2)。

7.1.2.2 动态腐蚀实验步骤

实验按以下步骤操作：

- a) 按 6.1, 6.2 或 6.3 方法配制酸液。根据钢片表面积, 按 7.1.1 中 b) 计算出酸液用量, 量好将其倒入反应釜中, 将准备好的钢片挂在挂钩上, 使钢片能完全浸入到酸液中并悬空, 将反应釜密封, 连接好管线, 设置实验温度和转速 (60r/min), 上述操作在 10min 内完成。将系统压力升至 3MPa, 实验开始计时。
 - b) 将冷却循环水打开。
 - c) 控制升温速度 (实验温度低于 120 ℃, 升温时间 30min, 大于或等于 120 ℃, 升温时间 60min), 当温度即将达到设定温度时, 将压力升至 16MPa, 在实验温度下反应 4h 后停止加热, 停止计时, 开启冷凝装置降温 (实验温度低于 120 ℃, 降温时间 30min, 大于或等于 120 ℃, 降温时间 60min), 当温度降至 80 ℃时, 对反应釜卸压, 排放乏酸, 取出钢片, 按照 7.1.2.1 的方法处理钢片, 计算腐蚀速率。

注：升温过程中注意压力变化，一般温度达到100℃时控制压力在10MPa~12MPa之间。

7.2 溶蚀率

7.2.1 实验准备

将粉碎的岩心粉过 $\phi 200 \times 50-0.150/0.10$ 标准筛并混合均匀，将岩心粉和定量滤纸在 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 下烘干 4h，取出放在干燥器中 30min，称量滤纸质量，记录为 m (精确至 0.0001g)。

7.2.2 实验步骤

实验按以下步骤操作：

- a) 称取 1g (精确至 0.0001g) 烘干的岩心粉, 记录为 m_3 , 置于 100mL 带盖塑料离心管中, 向其中慢慢加入 20mL 按 6.1, 6.2 或 6.3 方法配制的酸液, 至岩心粉完全被酸液润湿, 立即放入实验温度或储层温度 (储层温度高于 95℃ 时, 实验温度为 95℃) 的恒温水浴中。记录离心管放入水浴中的时间作为反应起始时间。
 - b) 反应至 2h 时取出离心管, 先将上层酸液用定量试纸过滤, 然后用蒸馏水冲洗离心管中的残余酸液和反应后岩心粉到该定量滤纸上, 直至离心管中无残留物为止, 反复冲洗留有岩心粉的定量滤纸, 同时用精密 pH 试纸测试滤液 pH 值, 直至 pH 值为 7。
 - c) 将反应后岩心粉和定量滤纸一起放入 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中烘干 4h, 取出放在干燥器中 30min, 称量记录为 m_4 (精确至 0.0001g)。

7.2.3 结果处理

溶蚀率按公式(6)计算:

$$\eta = \frac{m + m_3 - m_4}{m_3} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中：

η ——岩心溶蚀率，用百分数表示；

m—定量滤纸质量，单位为克(g)；

m_3 ——反应前岩心粉质量, 单位为克 (g);

m_4 ——反应 2h 后剩余岩心粉及滤纸的质量，单位为克 (g)。

7.3 缓速率

7.3.1 试剂准备

实验试剂按以下步骤准备：

- a) 酚酞指示剂：溶解 1.0g 酚酞于 50mL 95% 的乙醇中，并用蒸馏水稀释至 100mL。
 - b) 氢氧化钠标准溶液：按 GB/T 601 执行，配制浓度 0.2mol/L。
 - c) 酸液：用分析纯盐酸和蒸馏水配制实验所需浓度的盐酸溶液，其浓度用酸碱滴定法滴定测定，误差小于 $\pm 2\%$ 。酸液组成和浓度与现场施工时所用酸液相同，添加剂加入量均按质量分数加入。

7.3.2 岩心准备

实验岩心按以下步骤准备：

- a) 用切片机切取圆柱形岩心，用磨片机打磨，使之棱角规整，表面平滑。
 - b) 岩心形状及尺寸： $(25 \pm 0.5) \text{ mm} \times (40 \pm 0.5) \text{ mm}$ 。
 - c) 岩心表面积测算：用游标卡尺测量岩心尺寸，计算出岩心表面积。
 - d) 岩心处理：将已打磨好的岩心用无水乙醇洗去表面杂质，然后用冷风吹干，储存在玻璃干燥器中，备用。
 - e) 岩心称重：准确称量干燥好的岩心，记录为 m_5 （精确至 0.0001g）。
 - f) 滤纸称重：准确称量干燥好的滤纸，记录为 m_6 （精确至 0.0001g）。

7.3.3 实验条件

实验条件如下：

- a) 酸液用量：岩心表面积 (cm^2) : 酸液体积 (mL) = 1 : 4。
 - b) 实验条件：常压，93℃下反应 60min。
 - c) 实验装置：静态酸岩反应速度实验装置示意图（土酸用 2000mL 塑料烧杯）。

7.3.4 实验步骤

实验按以下步骤操作：

- a) 根据岩心表面积, 按 7.3.3 中 a) 计算出酸液用量, 量取酸液并加入到玻璃大肚瓶中 (土酸加入到大塑料烧杯中), 置于水浴中恒温。待温度上升至 93 °C, 恒温 30min 后, 将岩心投入到酸液中, 并开始记录反应时间。
 - b) 在反应开始 1min, 4min, 7min, 10min, 15min 取一次样, 随后每 5min 在相同位置取样, 每次取样体积为 6.0mL, 用氢氧化钠标准溶液滴定。每个样品平行滴定 3 次, 误差小于 $\pm 2\%$ 。
 - c) 反应到 60min 后迅速取出残余岩心, 详细描述残余岩心和乏酸表现 (包括酸液是否均匀, 不溶物是分散还是聚集在乏酸中), 重复操作 7.3.2 中的 d) 和 e), 得出残余岩心质量 m_7 (精确至 0.0001g)。
 - d) 用已干燥好并已称重过的快速定量滤纸过滤乏酸, 并用蒸馏水将玻璃大肚瓶内的酸不溶物冲洗至该快速定量滤纸上, 将洗至中性的该快速定量滤纸放入烘箱中干燥至恒重, 105 °C $\pm 1^\circ\text{C}$ 烘干 2h 取出, 冷却 30min 后称量 m_8 (精确至 0.0001g)。

7.3.5 结果处理

实验结果按以下方法处理：

- a) 酸岩反应速度曲线：以时间 (min) 为横轴，酸液浓度 c (%) 为纵轴，做出反应速度曲线。
 b) 酸不溶物含量按公式 (7) 计算：

$$R = \frac{m_8 - m_6}{m_5 - m_7} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

式中：

R——酸不溶物，用百分数表示：

m_5 ——反应前岩心质量, 单位为克 (g);

m_6 ——快速定量滤纸质量，单位为克(g)；

m_2 —反应后岩心质量, 单位为克 (g)。

m_2 —滤纸和酸不溶物质量 单位为克 (g)

7.4 稳定铁离子 (Fe^{3+}) 能力

按 SY/T 6571 执行

7.5 表面张力 界面张力

7.5.1 方法选择

选用挂片法进行测量

7.5.2 测量过程

根据要求取按 6.1、6.2、6.3 或 6.4 方法制备的酸液，置于表面张力仪的样品杯中，在 25℃ 下

按照表面张力仪测量程序测量其表（界）面张力值。

7.6 防乳化能力

将配制的乏酸液体与煤油（或现场原油）500mL（砂岩实验油酸比为3:1，碳酸盐岩实验油酸比为1:1，体积比）加入到混调器中，低速启动，调节转速到4000r/min±50r/min，搅拌1min，立即倒入具塞量筒中于实验温度下静置（地层温度高于95℃时，实验温度为95℃），记录5min，10min，15min，30min，60min，3h，6h和24h时出酸体积及现象。

7.7 配伍性

7.7.1 酸液添加剂之间配伍性

按配方配制酸液，在室温及储层温度条件下（地层温度高于95℃时，实验温度为95℃），静置4h，观察混合物的变化情况，记录酸液透明度、分层、絮状、沉淀等现象。

7.7.2 与地层水配伍性

按配方配制酸液并与地层水按2:1（体积比）比例混合，在室温及储层温度条件下（地层温度高于95℃时，实验温度为95℃），静置4h，观察混合物的变化情况，记录酸液透明度、分层、絮状、沉淀等现象。

7.8 酸渣

7.8.1 将按照配方制备的酸液100mL倒入清洁的实验瓶中，轻轻倒入100g用 $\phi 50 \times 25-0.150/0.10$ 实验筛过滤后的原油，盖好瓶盖。剧烈摇动实验瓶100次混合均匀。

7.8.2 把上述混合物置于水浴锅中，在实验温度下（地层温度高于95℃时，实验温度为95℃）静置24h。将蒸馏水和汽油分别装入耐温洗瓶中，置于水浴中预热。

7.8.3 取出实验瓶，用 $\phi 50 \times 25-0.150/0.10$ 实验筛过滤混合物。当筛网上有固体颗粒时，用预热好的蒸馏水和汽油反复交替清洗筛网，直至固体颗粒不再减少为止。

7.8.4 按下列情况描述酸渣量：无酸渣——筛网上面无固体颗粒，痕量——筛网上有少量固体颗粒，中等量——筛网上明显存在固体颗粒，大量——筛网上有大量固体颗粒。

7.9 常规土酸砂岩酸化效果

7.9.1 试样制备

7.9.1.1 基液：地层水（模拟地层水）或者4%NH₄Cl水溶液。

7.9.1.2 前置液：一定浓度的盐酸+醋酸+添加剂溶液。

7.9.1.3 处理液：常规土酸+添加剂溶液。

7.9.1.4 后置液：地层水（模拟地层水）或者4%NH₄Cl水溶液。

7.9.2 岩样制备

实验岩心按以下步骤准备：

a) 相似的其他地层或露头岩心进行实验。

b) 天然岩心应从与储层流体流动相同的方向钻取圆柱体，两端面磨平，并与光滑的圆柱面相垂直。岩心直径为25mm~25.4mm或者37mm~38mm，岩心长度为直径的1~1.5倍。

c) 岩心气体渗透率测定按SY/T 5107执行。

7.9.3 测试程序

7.9.3.1 将基液装入耐酸岩心流动实验仪的高压容器中，使其从岩心夹持器正向端入口进入岩心，驱替岩心孔隙中的流动介质，直至流量及压差稳定，稳定时间不少于60min。流动介质的流速低于临界流速，测出岩心基础渗透率 K_0 。

7.9.3.2 将前置液装入高压容器中，使其从岩心夹持器正向端入口进入岩心，注入量及停留时间根据实际情况决定。再正向注入基液，直至流量和压力稳定，稳定时间不少于60min。流动介质的流速低于临界流速，测出岩心渗透率 K_1 。

7.9.3.3 将前置液换为处理液，按照 7.9.3.2 程序测量岩心通过处理液后的渗透率 K 。

7.9.3.4 将处理液换为后置液，按照 7.9.3.2 程序测量岩心通过后置液后的渗透率 K 。

7.9.3.5 酸化效果评价按公式 (8) 计算：

$$A = \frac{K_3 - K_0}{K_0} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

式中：

A —渗透率恢复率。

K_0 —处理前用基液测得的岩心基础渗透率，单位为毫达西 (mD)；

K_2 —处理后用氯液测得的岩心基础渗透率。单位为毫达西 (mD)。

8 功能性酸酸化工作液性能

除常规酸需要测试以上性能外，功能性酸化工作液包括稠化酸、交联酸、乳化酸酸液体系需测试其他性能，需要测试的性能和测试方法按照附录 A、附录 B、附录 C 的要求。

9 酸液性能测定结果录入格式

酸液性能测定结果录入格式参见附录 F

10 安全与环境控制要求

10.1 使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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律、法规规定的条件。若想获得更多信息，请参考材料安全数据或化学剂制造厂商提供的资料。

10.2 本产品的供应商应提供对应安全技术说明书或 HSE 文件

10.3 取用时应在通风良好的场所或者通风橱内进行，严格遵守操作规程。

10.4 在处理酸液时，应极为谨慎并采取严格的设备保护措施

10.5 高压实验设备应有明显的提示标识

10.6 皮肤接触时，立即脱去污染的工作服，用流动清水冲洗至少5min，严重时及时送医；眼睛接触时，立即用冲眼器冲刷，严重时及时送医；吸入时，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道畅通，严重时及时送医。

10.7 各种实验液体使用后要收集处理，不得随意排放。

10.8 环境控制要求 严格执行国家和地方的环保法律、法规

附录 A (规范性附录)

A.1 试样制备

- A.1.1 按照 6.1 规定的方法配制所需浓度的盐酸溶液（稠化剂溶液总量按 500mL 计）。

A.1.2 将 A.1.1 配制好的盐酸溶液倒入搅拌器中搅拌，调节搅拌速率，使液体处于旋涡状态，并能够看到搅拌器底部。

A.1.3 按照所需浓度称取稠化剂的量，缓慢均匀地将稠化剂倒入搅拌器中（加样时间小于 30s），搅拌 25min 后，按照要求加入缓蚀剂、助排剂、铁离子稳定剂等配方中要求的其他添加剂，搅拌至 30min 停止。

A.1.4 将 A.1.3 配制好的稠化酸溶液倒入磨口瓶中，放在 30℃ 水浴中溶解 4h 备用。

A.2 性能测试

A.2.1 表观黏度

- A.2.1.1** 量取 A.1.4 配制好的稠化酸溶液倒入常压同轴圆筒黏度计测量杯中，液量至要求的刻度线，读取 100r/min 转速下黏度计指针读数。

$$\mu = \frac{5.077\alpha}{1.704} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

μ —稠化酸溶液的表观黏度，单位为毫帕秒 (mPa · s)；

α —黏度计指针读数;

5.077— α 为1时的剪切应力值，单位为十的负一次方帕(10^{-1} Pa)；

1.704——黏度计转数为 1r/min 的剪切速率值，单位为秒的负一次方 (s^{-1})。

A.2.2 耐温耐剪切性能

在高温高压同轴圆筒旋转黏度计样品杯中加满 A.1.4 配制的稠化酸，对样品加热，在 30℃、剪切速率 675s^{-1} 条件下剪切 2.5min，然后在 100s^{-1} 剪切。尽量控制在 20min 内升温至实验温度（对第 20 min 的温度有要求，温度至少应升高到不低于设定温度的 95%，不高于 3℃）。在实验的其他时间里，温度的变化应在测试温度的 $\pm 3^\circ\text{C}$ 以内变化，液体在加热和恒定温度下受到连续直至达到要求的剪切时间为止。记录实验终了时的黏度 $\eta_{\text{a}0}$ 。

注1：如无特殊要求，测量温度为稠化酸适用温度，测量时间为作业施工时间。

注2：剪切历史模拟，当测试温度低于或者等于93℃时，剪切历史推荐为 675s^{-1} 条件下剪切2.5min；若测试温度高于93℃时，剪切历史推荐为 1350s^{-1} 条件下剪切5.0min。

A.2.3 其他性能

稠化酸加量测定常规定酸化工作液中其他的性能，在配液过程中不加稠化剂，再进行测试。

附录 B
(规范性附录)
交联酸性能评价方法

B.1 试样制备

B.1.1 基液配制方法

按 A.1 规定的方法执行。

B.1.2 冻胶制备

取 B.1.1 制备的基液 100mL 倒入搅拌器中，调节转速，使液面形成漩涡并能够看到搅拌器底部，然后搅拌器恒速转动，如果需要加入破胶剂，然后边搅拌边加入交联剂，直至漩涡逐渐消失为止。

B.2 性能测试

B.2.1 交联时间

取 B.1.1 配制的基液 400mL，用秒表记录交联剂加入混调器中直至旋涡消失液面微微突起的时间 t 为交联时间。

B.2.2 流变参数

B.2.2.1 在高温高压同轴圆筒旋转黏度计样品杯中加满 B.1.2 配制的交联酸冻胶，对样品加热，在 30°C 、剪切速率 675s^{-1} 条件下剪切 2.5min ，然后在 100s^{-1} 条件下剪切，尽量控制在 20min 内升温至实验温度（对第 20min 的温度有要求，温度至少应升高到不低于设定温度的 95% ，不高于 3°C ），在实验的其他时间里，温度的变化应在测试温度的 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 以内变化；液体在加热和恒定温度下受到连续剪切。

B.2.2.2 实验从 20min 到 $2h5\text{min}$ ，每隔 15min 进行一次变剪切速率过程，推荐变剪切速率为 100s^{-1} ， 75s^{-1} ， 50s^{-1} ， 25s^{-1} ， 50s^{-1} ， 75s^{-1} ， 100s^{-1} ，除变剪切速率外，其他时间采用 100s^{-1} 恒速剪切。

B.2.2.3 变剪切的循环过程只能采取升序剪切或者降序剪切，不能同时采用。如果按升序剪切速率，则 25s^{-1} 剪切 50s （变速时间 5s ，稳定转速时间 40s ，记录数据时间 5s ），以后 50s^{-1} ， 75s^{-1} ， 100s^{-1} 各剪切 35s （每个剪切速率的变速时间 5s ，稳定转速时间 25s ，记录数据时间 5s ），每个升序剪切过程合计时间为 165s ，如果按降序剪切速率，则 100s^{-1} 剪切 30s （变速时间 0s ，稳定转速时间 25s ，记录数据时间 5s ） 75s^{-1} ， 50s^{-1} ， 25s^{-1} 各剪切 35s （变速时间 5s ，稳定转速时间 25s ，记录数据时间 5s ），整个降序的剪切时间为 145s 。

B.2.2.4 从 $2h5\text{min}$ 至 $2h35\text{min}$ 恒定 100s^{-1} 剪切 30min 。

B.2.2.5 从 $2h35\text{min}$ 开始，重复 B.2.2.3 过程，变化剪切速率的时间间隔为 30min ，直到 $4h5\text{min}$ 。

B.2.2.6 在 $4h5\text{min}$ 之后变剪切速率开始的时间由操作者控制，但是应该记录变化的过程。

B.2.2.7 K' 值和 n' 值由高温高压同轴圆筒旋转黏度计给出。

B.2.3 破胶性能

B.2.3.1 测试程序

将 B.1.2 配制的交联酸冻胶装入耐酸的密闭容器内，放入耐酸密闭容器中加热恒温，恒温温度为

储层温度，使液体在恒温温度下按配方提供时间或施工工艺设计要求时间进行破胶。

B.2.3.2 破胶液黏度

用毛细管黏度计测定破胶液黏度 η_b 。取破胶液上层清液测定黏度，测定温度分别选取储层温度、30℃或等于井口出油温度进行。储层温度高于100℃时，测定破胶液的温度选取为95℃下进行。

B.2.4 其他性能

交联酸如需测定常规酸化工作液中其他的性能，在配液过程中不加稠化剂和交联剂，再进行测试。

附录 C
(规范性附录)
乳化酸性能评价方法

C.1 试样制备

C.1.1 酸相溶液制备

按照 6.1 规定的方法配制所需浓度的盐酸溶液，搅拌制得酸相。

C.1.2 油相液制备

将乳化剂按质量比加入到油相中，充分搅拌，制得油相。

C.1.3 乳化酸的制备

将 C.1.1 配制的酸相液体与 C.1.2 配制的油相液体按照酸油酸比 7 : 3 比例混合，即将酸相液体缓慢注入到油相液体中，在 $4000\text{r}/\text{min} \pm 50\text{r}/\text{min}$ 的转速下搅拌 20min，配制成乳化酸。

C.2 性能测试

C.2.1 稳定性

设定水浴锅温度到储层温度（高于 95℃ 的储层，温度按 95℃ 设定）。量取 100mL C.1.3 配制的乳化酸 100mL 置于具塞量筒中。当温度达到设定温度后，将具塞量筒放入水浴锅中恒温，观察 2h, 4h, 8h, 12h 及 24h 乳化酸的稳定性。

C.2.2 其他性能

乳化酸如需测定常规酸化工作液中其他的性能，用酸相进行测试。

附录 D
(资料性附录)
盐酸溶液浓度与密度对照表

盐酸溶液浓度与密度对照表见表 D.1。

表 D.1 盐酸溶液浓度与密度对照表 (20°C)

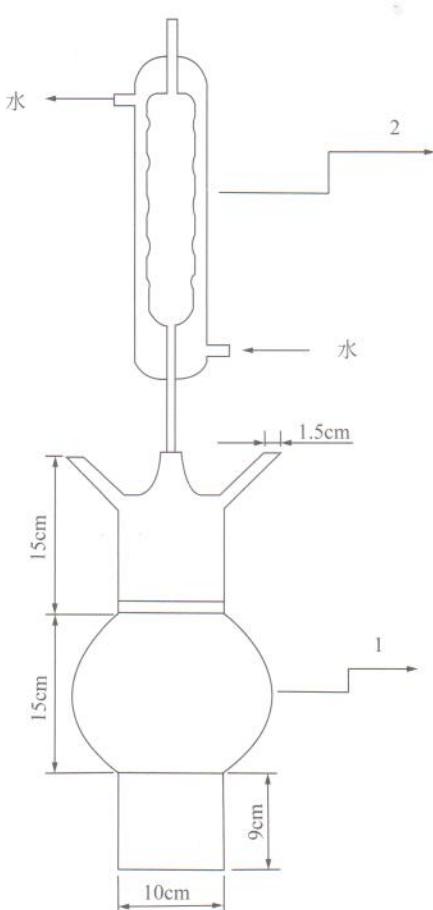
浓度, %	相对密度 (水 =1)	波美度	密度, kg/m ³
1	1.0047	0.7	1002.839
2	1.0080	1.4	1008.001
3	1.0148	2.1	1012.728
4	1.0196	2.8	1017.694
5	1.0246	3.5	1022.669
6	1.0296	4.2	1027.652
7	1.0346	4.8	1032.639
8	1.0396	5.5	1037.633
9	1.0446	6.2	1042.630
10	1.0496	6.8	1047.631
11	1.0546	7.5	1052.636
12	1.0596	8.2	1057.645
13	1.0646	8.8	1062.656
14	1.0696	9.4	1067.670
15	1.0747	10.1	1072.686
16	1.0797	10.7	1077.705
17	1.0847	11.3	1082.726
18	1.0898	11.9	1087.749
19	1.0948	12.8	1092.774
20	1.0998	13.2	1097.801
21	1.1049	13.8	1102.830
22	1.1099	14.4	1107.860
23	1.1150	14.9	1112.893
24	1.1200	15.5	1117.926
25	1.1250	16.1	1122.961
26	1.1301	16.7	1127.998
27	1.1351	17.3	1133.036
28	1.1402	17.8	1138.075
29	1.1452	18.4	1143.116
30	1.1503	18.9	1148.157

表 D.1 (续)

浓度, %	相对密度 (水=1)	波美度	密度, kg/m ³
31	1.1553	19.5	1153.200
32	1.1604	20	1158.245
33	1.1654	20.6	1163.290
34	1.1705	21.1	1168.336
35	1.1756	21.7	1173.383
36	1.1806	22.2	1178.432
37	1.1857	22.7	1183.481
38	1.1907	23.2	1188.532
39	1.1958	23.7	1193.583
40	1.2009	24.3	1198.635

附录 E
(资料性附录)
静态酸岩反应速度实验装置示意图

静态酸岩反应速度实验装置示意图如图 E.1 所示。



1—大肚瓶；2—球形冷凝管
图 E.1 静态酸岩反应速度实验装置示意图

附录 F
(资料性附录)
酸液性能测定结果表格式

酸液性能测定结果表格式见表 F.1。

表 F.1 酸液性能测定结果表

序号		项目		测定结果及说明
常规酸化工作液性能	1	缓蚀能力	常压静态腐蚀速率 v , g/(m ² · h)	
			动态腐蚀速率 v , g/(m ² · h)	
	2	溶蚀率 η , %		
	3	缓速率	酸液浓度 c , %	
			酸不溶物 R , %	
	4	稳定铁离子 (Fe^{3+}) 能力 N , mg/mL		
	5	表面张力、界面张力	表面张力, mN/m	
			界面张力, mN/m	
	6	防乳化能力	出酸体积, mL	
			现象描述	
功能性酸化工作液性能	7	配伍性	酸液添加剂之间配伍性	
			与地层水配伍性	
	8	酸渣	描述酸渣量	
	9	常规土酸	砂岩酸化效果 A , %	
	1	稠化酸	表现黏度 μ , mPa · s	
			耐温耐剪切性能 η_a , mPa · s	
	2	交联酸	交联时间 t , s	
			稠度系数 K' 值, mPa · s ⁿ	
	3	乳化酸	流动行为指数 n' 值, 无因次	
		稳定性	破胶性能	
			破胶液黏度 η_b , mPa · s	
			2h 乳化酸稳定性观察	
			4h 乳化酸稳定性观察	
			8h 乳化酸稳定性观察	
			12h 乳化酸稳定性观察	
			24h 乳化酸稳定性观察	

参 考 文 献

- [1] SY/T 5516—2000 碳酸盐岩化学分析方法
 - [2] SY/T 5754—2016 油田酸化互溶剂性能评价方法
 - [3] SY/T 5971—2016 油气井压裂酸化及注水用黏土稳定剂性能评价方法
 - [4] SY/T 6213—2016 酸化用氟硼酸
 - [5] SY/T 6526—2002 盐酸与碳酸盐岩动态反应速率测定方法
 - [6] SY/T 6787 水溶性油田化学剂环境保护技术要求
 - [7] ISO 13503—1 : 2011 Petroleum and natural gas industries—Completion fluids and materials—Part 1:Measurement of viscous properties of completion fluids
 - [8] API RP 39 : 2003 Recommended practices on measuring the viscous properties of a cross-linked water-based fracturing fluid
-

中华人民共和国
石油天然气行业标准
酸化工作液性能评价方法

SY/T 5886—2018

*

石油工业出版社出版
(北京安定门外安华里二区一号楼)
北京中石油彩色印刷有限责任公司排版印刷
新华书店北京发行所发行

*

880×1230 毫米 16 开本 1.5 印张 42 千字 印 1—400
2019 年 2 月北京第 1 版 2019 年 2 月北京第 1 次印刷
书号 : 155021 · 7827 定价 : 30.00 元
版权专有 不得翻印