УДК 550.32

doi: 10.17238/issn2227-6572.2016.4.75

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВОГО ПОВЕДЕНИЯ ПАРАФИНОВ В ПЛАСТОВЫХ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ФЛЮИДАХ

А.А. Лобанов*, Е.Ю. Пустова*, А.Б. Золотухин*

*Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова

Фазовый переход парафиновых компонентов пластовых флюидов в твердое состояние в процессе добычи и транспортировки природных углеводородных смесей представляет собой серьезную угрозу для бесперебойной работы системы «пласт-скважина». Особенно высоки риски возникновения осложнений при работе добывающих скважин в условиях низких температур Арктического региона. Лабораторные исследования фазового поведения парафинов дают ключевую информацию для инженерных и экономических анализов данных рисков. В работе представлены результаты исследований фазового поведения пластового флюида со скважины нефтяного месторождения Арктической зоны Российской Федерации. Исследования проводились с использованием современного высокотехнологического оборудования Инновационнотехнологического центра арктических нефтегазовых лабораторных исследований института нефти и газа Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова, на представительных глубинных пробах, отобранных согласно действующему регламенту. Научная новизна работы – предлагаемый авторами способ построения фазовой диаграммы пластового флюида в координатах «давление-температура», совмещенной с областями кинетической и агрегативной устойчивости смеси по отношению к твердой парафиновой фазе. Под кинетической устойчивостью понимается способность системы сохранять равномерное распределение парафиновых частиц во всем объеме, под агрегативной – способность системы сохранять степень дисперсности твердой фазы. Важность этих свойств в понимании процессов фазовых переходов отмечали многие исследователи, поэтому предлагаемый способ может сыграть положительную роль в задаче адекватного описания процессов образования твердых органических отложений. Результаты исследований могут быть использованы при экономическом и технологическом обосновании применяемых методов борьбы с парафиновыми отложениями на рассматриваемом месторождении.

Ключевые слова: фазовая диаграмма пластового флюида, фазовые переходы парафинов, тяжелые компоненты нефти, твердая парафиновая фаза.

Контактное лицо: Лобанов Алексей Александрович, *адрес:* 163002, г. Архангельск, наб. Северной Двины, д. 14; *е-mail:* lobanov.mdh@gmail.com.

Для цитирования: Лобанов А.А., Пустова Е.Ю., Золотухин А.Б. Исследование фазового поведения парафинов в пластовых углеводородных флюидах // Вестн. Сев. (Арктич.) федер. ун-та. Сер.: Естеств. науки. 2016. № 4. С. 75–83. doi: 10.17238/issn2227-6572.2016.4.75.

В «Стратегии развития Арктической зоны Российской Федерации и обеспечения национальной безопасности на период до 2020 года»¹ отмечается особая роль углеводородных ресурсов Арктики в экономике страны. Одним из значимых рисков, осложняющих скважинную добычу углеводородов в условиях низких температур Арктики, является образование парафиновых отложений на элементах погружного и наземного оборудования. Данные отложения значительно ухудшают технологические параметры работы оборудования и снижают его межремонтный период, тем самым увеличивая себестоимость добычи нефти и создавая значительные риски производства, в т. ч. экологические.

Фазовые диаграммы агрегатного состояния компонентов пластовых флюидов хорошо зарекомендовали себя в инженерной практике как метод прогнозирования осложнений, связанных с образованием органических отложений. В отношении парафиновых компонентов диаграмма «давление-температура» пластового флюида представляет собой кривую зависимости температуры насыщения нефти парафином² от давления. Совмещение данной диаграммы с кривой зависимости давления от температуры по стволу скважины дает адекватное представление о глубине, на которой происходит пересечение межфазных границ [1]. Однако сам факт фазового перехода парафинов в твердое или высоковязкое состояние влияет лишь на физико-химические свойства скважинной продукции и не может служить оценкой глубины образования отложений [2]. Так, Б.А. Мазепа по результатам многочисленных промысловых исследований приводит разницы глубин от начала осаждения парафинов в скважине до начала образования парафинового слоя в 100-500 м [3].

В.П. Тронов, исследовавший механизм образования твердых органических отложений [4], обосновывает теоретически и экспериментально связь образования отложений с агрегативной и кинетической устойчивостью флюида по отношению к кристаллам парафинов. Под кинетической устойчивостью понимается способность системы сохранять равномерное распределение частиц во всем объеме, под агрегативной – способность системы сохранять степень дисперсности твердой фазы. Цель данной работы – исследование динамики изменения устойчивости флюида для оптимизации процесса добычи парафинистых нефтей.

Материалы и методы. Исследования фазового поведения парафинов в глубинных пробах пластовых флюидов проводятся специалистами Инновационно-технологического центра арктических нефтегазовых лабораторных исследований института нефти и газа Северного (Арктического) федерального университета на лабораторной установке AWAI 1000 («Sanchez Technologies», Франция). Лабораторная установка AWAI 1000 представляет собой автоматизированный комплекс оборудования для создания термобарических условий, исследования осаждения твердых частиц в пробе флюида и инжекции химических реагентов в пробу. Рабочий диапазон температур –20...200 °C, рабочее давление 100 МПа.

В системе исследования осаждения твердых частиц в пробе флюида реализовано три метода: фотометрический, визуальный и фильтрационный.

Фотометрический метод заключается в измерении мощности проходящего инфракрасного излучения через пробу флюида оптическим измерителем. Данный метод позволяет фиксировать моменты фазовых переходов в исследуемом флюиде. Фотометрическая ячейка пред-

¹Стратегия развития Арктической зоны Российской Федерации и обеспечения национальной безопасности на период до 2020 года: утв. Президентом РФ 8 февраля 2013 г. Доступ из справ.-правовой системы «КонсультантПлюс».

²Wax Appearance Temperature (WAT) [1].

Лобанов А.А. и др. Исследование фазового поведения парафинов в пластовых углеводородных флюидах

ставляет собой стальной кожух с прозрачными сапфировыми стеклами, в который подведены трубки с пробой флюида. Во время исследований жидкость перетекает между циркуляционными насосами, проходя через область между сапфировыми стеклами. В ячейку подведен оптический кабель, по которому подается световой поток, пересекающий пробу флюида. С другой стороны ячейки фотометрический датчик регистрирует интенсивность прошедшего света.

Визуальный метод заключается в анализе серии снимков пробы флюида с микроскопа ячейки высокого давления³ и предназначен для исследования динамики образования твердой фазы. Конструкция визуальной ячейки аналогична фотометрической ячейке. Микроскоп фиксирует снимки просвечиваемой области пробы. Снимки анализируются программным обеспечением «Ellix», которое фиксирует наличие твердой фазы в поле снимка по пороговым значениям параметров света в рассматриваемой области (цвет, насыщенность и т. д.). Параметры настраиваются в зависимости от цвета и светопроницаемости нефти. В данном эксперименте снимки анализировались в режиме адаптивной обработки, заключающемся в анализе контраста между темными и светлыми областями снимка. Этот режим позволяет обнаруживать объекты (твердые частицы) в неоднородном освещении. Неоднородность освещения обусловлена наличием областей снимка, затемненных по причине налипания микрочастиц пыли на внешнюю сторону сапфирового стекла ячейки.

Фильтрационный метод заключается в измерении перетока и разницы давлений в системе двух циркуляционных насосов, соединенных через фильтрующий элемент. Кроме того, фильтрующая ячейка необходима для очистки пробы флюида от механических примесей. Согласно СТО РМНТК 153-39.2-001–2003⁴, метод используется для регистрации фазовых переходов лишь тогда, когда интерпретация результатов других методов затруднена.

Способность парафинов находиться в растворенном состоянии зависит от растворяющей способности нефти. Как известно, температура является одним из основных факторов, влияющих на кристаллизацию парафинов [5]. При снижении температуры растворяющая способность нефти падает, и при температуре, равной температуре насыщения нефти парафином, начинается процесс выпадения твердой фазы. При дальнейшем охлаждении выделяется два температурных интервала кристаллизации парафинов [6]:

 интервал наиболее интенсивного выпадения, в котором происходит интенсивный рост количества и размеров кристаллов парафинов;

- интервал полного выпадения, при котором рост количества взвешенных частиц стабилизируется.

Разнообразие и уникальность составов нефтей, условий залегания и эксплуатации месторождений обусловливают индивидуальный подход к каждому исследованию. В данной статье приведены описание и пример результатов исследований пластового флюида нефтяного месторождения Арктического региона Российской Федерации (Тимано-Печорская нефтегазоносная провинция).

Исследуемая скважина эксплуатирует отложения девонского (D3fm) возраста фонтанным способом. Глубина перфорации 3 185 м. Отбор проб и замер температуры/давления по ство-

³В англоязычной литературе распространен термин High Pressure Microscope (микроскоп высокого давления). Мы считаем, что данный термин не корректен, так как непосредственно узлы микроскопа не контактируют с областями высокого давления. Более точным является термин «микроскоп ячейки высокого давления», поскольку высокое давление поддерживается именно в стальной ячейке с сапфировыми наблюдательными стеклами.

⁴СТО РМНТК 153-39.2-001–2003. Нефть. Методы исследования парафинистых нефтей. М., 2003. 54 с.

лу скважины осуществлялись в статике с глубины 2 895 м. Пробы отбирали согласно СТО РМНТК 153-39.2-002–2003⁵.

Термобарические исследования фазового поведения парафинов проводили в режиме изобарического снижения температуры при ступенчатом снижении давления. Давление снижалось от 31,3 (пластовое давление) до 0,1 МПа с шагом, близким к 5 МПа. Свободный газ не взаимодействует с кристаллами парафинов [4], поэтому при уменьшении давления ниже давления насыщения нефти газом последний отводился на ступенях дифференциального разгазирования согласно программе PVT-анализа. На каждом интервале постоянного давления температура снижалась от 70,3 до 30,0 °С со скоростью 0,25 °С/мин. При исследовании флюид перетекал через ячейки с постоянной скоростью 0,1 мл/мин.

Результаты и обсуждение. Термобарометрия по стволу скважины представлена на *рис. 1* в координатах «глубина–давление/температура».



Рис. 1. Термобарометрия по стволу скважины

Основные результаты РVТ-анализа: 1) давление насыщения: при 70,3 °С – 13,79 МПа; при 50,0 °С – 13,15 МПа; при 20,0 °С – 12,23 МПа; 2) газосодержание (по результатам стандартной сепарации) 84,30 м³/м³; 3) плотность пластовой нефти: при пластовых условиях – 777,6 кг/м³; при давлении насыщения – 762,6 кг/м³; 4) плотность сепарированной нефти (стандартная сепарация) 864,9 кг/м³; 5) вязкость: при пластовом давлении – 1,244 мПа·с; при давлении насыщения – 1,052 мПа·с; сепарированной нефти при 20 °C – 13,92 мПа·с; 6) содержание (массовое): парафина – 6,050 %; смол – 15,65 %; асфальтенов – 2,480 %; воды – следы; механических примесей – 0,005 %.

На рис. 2 представлен пример фотометрического анализа при давлении 31,3 МПа в



Рис. 2. Результаты фотометрического исследования осаждения парафинов при пластовом давлении

виде кривой зависимости мощности проходящего инфракрасного сигнала от температуры. Мощность сигнала зависит от двух основных параметров флюида: плотности и количества взвешенных во флюиде твердых частиц. При температуре, равной температуре насыщения нефти парафином, в пробе флюида начинают образовываться мелкие кристаллы парафина, которые частично поглощают, частично рассеивают проходящий свет, что выражается в резком падении мощности сигнала. Перелом зависимости мощности инфракрасного сигна-

⁵СТО РМНТК 153-39.2-002–2003. Нефть. Отбор проб пластовых флюидов. М., 2003. 29 с.

Лобанов А.А. и др. Исследование фазового поведения парафинов в пластовых углеводородных флюидах

ла от температуры зафиксирован при температуре 43,8 °C. Отметим, что данная температура является температурой насыщения нефти парафином при пластовом давлении.

По результатам визуального исследования глубинной пробы при давлении 31,3 МПа сделано 82 снимка пробы нефти. Снимки фиксировались с интервалом 0,5 °C. Каждый снимок проанализирован программным обеспечением «Ellix», получена информация о количестве твердых частиц и их геометрических параметрах.

В работе [6] авторами предложено представлять результаты визуального исследования в виде графика зависимости общей (суммарной) площади частиц от температуры в логарифмической шкале по оси площади. Логарифмическая шкала позволяет сглаживать флуктуации значений и выявлять характеристические интервалы темпов роста суммарной площади. На рис. 3 представлен результат анализа в виде графика зависимости общей площади твердых частиц от температуры, совмещенного с тремя характерными снимками. Снимок № 1 соответствует началу эксперимента (t = 70.3 °C, проба замешана до однородного состояния); снимок № 55 – температуре насыщения нефти парафином (t = 43,8 °C, на снимке видны первые кристаллы парафина, обозначенные белыми стрелками); снимок № 82 – концу эксперимента (t = 30,0 °C, вся область снимка запарафинена, видны крупные парафиновые агрегаты). На каждом снимке видны крупные затемненные области, которые исключались из анализа настройками режима адаптивной обработки.

На графике видны три интервала: интервал стабильной незначительной площади частиц, интервал интенсивного роста площади и ин-



Рис. 3. Результаты визуального исследования осаждения парафинов при пластовом давлении

тервал стабилизации роста площади. Температура стабилизации роста кристаллов парафинов $T_{cr} = 36,3$ °C. сталлам парафина. Действительно, в условиях медленного перетока активная седиментация привела бы к очищению пробы флюида, чего не наблюдается.

Более подробное представление о динамике образования твердой фазы дает график зависимости площадей частиц от температуры (*puc. 4*).

Обобщенные результаты исследований представлены на *рис. 5*. Линией «Flow» пред-



Температура, °С

Рис. 4. Области распределения площадей частиц в зависимости от температуры

Анализируя *рис. 3* и *4*, можно сделать вывод, что интервал температур 43,8–36,3°С является интервалом наименьшей агрегативной устойчивости (количество частиц твердой фазы интенсивно растет). При температуре ниже 36,3 °С агрегативная устойчивость повышается, количество твердой фазы в потоке максимально. Укрупнение частиц в этом интервале носит единичный характер.

Плавный вид кривой зависимости общей площади от температуры с незначительными отклонениями характеризует флюид как кинетически устойчивый по отношению к криставлена термобарометрия по стволу скважины; линией « P_b » – зависимость давления насыщения нефти газом от температуры; линией « $T_{\rm нас}$ » – кривая зависимости температуры насыщения нефти парафином от давления; линией « $T_{\rm cr}$ » – кривая зависимости температуры стабилизации роста площади парафинов от давления.

Выше линии « P_b » газ растворен во флюиде, ниже – находится в свободном состоянии. Справа от линии « $T_{\rm нас}$ » парафины находятся в жидком состоянии, слева – переходят в твердую фазу. Интервал от линии « $T_{\rm нас}$ » до линии Лобанов А.А. и др. Исследование фазового поведения парафинов в пластовых углеводородных флюидах



Рис. 5. Фазовая диаграмма пластового флюида: 1 – начало осаждения парафинов (H = 2~000 м); 2 – максимум твердой фазы в потоке (H = 1~600 м); 3 – начало разгазирования (H = 700 м)

Заключение. Анализируя фазовую диаграмму пластового флюида, можно сделать следующие выводы:

1) кристаллизация парафина в потоке начинается на глубине 2 000 м;

 максимум твердой фазы в потоке наблюдается на глубине 1 600 м;

3) разгазирование скважинной продукции начинается на глубине 700 м.

Предположительно, максимальная скорость образования парафиновых отложений будет наблюдаться на глубине 1 600 м, в максимуме твердой фазы. Заслуживает внимания тот факт, что разница между началом образования твердой фазы и предположительной максимальной скоростью осаждения составляет 400 м, что совпадает с результатами промысловых исследований Б.А. Мазепы по ряду скважин [3].

Результаты наших исследований могут быть использованы при экономическом и тех-

нологическом обосновании применяемых методов борьбы с парафиновыми отложениями на рассматриваемом месторождении. Кроме того, значение температуры насыщения нефти парафином является калибровочным параметром при моделировании пластовых флюидов с помощью различных уравнений состояния [7, 8].

Предложенному методу построения областей стабильности компонентов, являющемуся уточнением хорошо зарекомендовавших себя в инженерной практике фазовых диаграмм, предстоит пройти обсуждение научно-инженерного сообщества. Подчеркнем, что для подтверждения полученных результатов необходимы дополнительные лабораторные и промысловые исследования.

Авторы надеются, что интеграция фазовых диаграмм областей стабильности в промысловые инженерные анализы может сыграть положительную роль в решении задачи оптимизации процесса добычи нефти, в частности сокращении затрат на реализацию системы борьбы с асфальтосмолопарафиновыми отложениями.

Список литературы

1. Betancourt S., Davies T., Kennedy R., Dong Ch., Elshahawi H., Mullins O.C., Nighswander J., O'Keefe M. Advancing Fluid-Property Measurement // Oilfield Review. 2007. P. 56–70. P. 80.

2. Tarek A. Equations of State and PVT Analysis: Applications for Improved Reservoir Modeling. US, Houston, 2007. 570 p.

3. Мазепа Б.А. Парафинизация нефтесборных систем и промыслового оборудования. М., 1966. 184 с.

4. Тронов В.П. Механизм образования смоло-парафиновых отложений и борьба с ними. М., 1969. 192 с.

5. Firoozabadi A. Thermodynamics of Hydrocarbon Reservoirs. N.Y., 1999.

6. Лобанов А.А., Пустова Е.Ю. Исследование процесса образования твердых органических веществ в глубинной пробе нефти // Перспективы и проблемы освоения месторождений нефти и газа в прибрежношельфовой зоне Арктики России: материалы Междунар. науч.-практ. конф. (10–11 июня 2015 г.). Архангельск, 2015. 159 с.

7. Zuo J.Y., Zhang D. Wax Formation from Synthetic Oil Systems and Reservoir Fluids // Energy & Fuels. 2008. Vol. 22, No. 4. P. 2390–2395.

8. Kamari A., Khaksar-Manshad A., Gharagheizi F., Mohammadi A.H., Ashoori S. Robust Model for the Determination of Wax Deposition in Oil Systems // Industrial & Engineering Chemistry Research. 2013. Vol. 52, № 44. C. 15664–15672.

References

1. Betancourt S., Davies T., Kennedy R., Dong Ch., Elshahawi H., Mullins O.C., Nighswander J., O'Keefe M. Advancing Fluid-Property Measurement. *Oilfield Review*, 2007, pp. 56–70.

2. Tarek A. Equations of State and PVT Analysis: Applications for Improved Reservoir Modeling. US, Houston, 2007. 570 p.

3. Mazepa B.A. *Parafinizatsiya neftesbornykh sistem i promyslovogo oborudovaniya* [Waxing Problem of Oil Gathering Systems and Field Equipment]. Moscow, 1966. 184 p.

4. Tronov V.P. *Mekhanizm obrazovaniya smolo-parafinovykh otlozheniy i bor'ba s nimi* [The Mechanism of Formation of Resin-Paraffin Deposits and Its Control]. Moscow, 1969. 192 p.

5. Firoozabadi A. Thermodynamics of Hydrocarbon Reservoirs. New York, 1999. 373 p.

6. Lobanov A.A., Pustova E.Yu. Issledovanie protsessa obrazovaniya tverdykh organicheskikh veshchestv v glubinnoy probe nefti [Investigation of the Formation Process of Solid Organic Matter in the Deep Oil Sample]. *Perspektivy i problemy osvoeniya mestorozhdeniy nefti i gaza v pribrezhno-shel'fovoy zone Arktiki Rossii: materialy Mezhdunar: nauch.-prakt. konf. (10–11 iyunya 2015 g.)* [Prospects and Problems of Development of Oil and Gas Deposits in the Coastal Shelf Zone of the Russian Arctic: Proc. Intern. Sci. Prac. Conf. (10–11 June, 2015)]. Arkhangelsk, 2015. 159 p.

7. Zuo J.Y., Zhang D. Wax Formation from Synthetic Oil Systems and Reservoir Fluids. *Energy & Fuels*, 2008, vol. 22, no. 4, pp. 2390–2395.

8. Kamari A., Khaksar-Manshad A., Gharagheizi F., Mohammadi A.H., Ashoori S. Robust Model for the Determination of Wax Deposition in Oil Systems. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2013, vol. 52, no. 44, pp. 15664–15672.

doi: 10.17238/issn2227-6572.2016.4.75

Aleksey A. Lobanov*, Elena Yu. Pustova*, Anatoliy B. Zolotukhin*

*Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov (Arkhangelsk, Russian Federation)

WAX PHASE BEHAVIOR IN RESERVOIR HYDROCARBON FLUIDS

Phase transition of wax compounds of reservoir fluids into the solid state in the process of production and transportation of natural hydrocarbon mixtures is a serious threat to the smooth operation of the "reservoir - well" system. The development wells performance can suffer high risk complications under the conditions of low temperatures in the Arctic region. Laboratory studies of the wax phase behavior give the key information for engineering and economic analyzes of these risks. The paper presents the results of investigations of the phase behavior of reservoir fluids of the oilfield well of the Russian Arctic. The studies were conducted with the use of the modern high-tech equipment of the Innovation and Technological Centre of the Arctic oil and gas laboratory research of the Institute of Oil and Gas of the Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, at the representative depth samples taken according to the current regulations. The scientific novelty is presented by the proposed method of constructing of the phase diagram of reservoir fluid at the "pressure – temperature" coordinates, combined with the areas of kinetic and aggregative stability of the mixture towards the solid wax phase. Kinetic stability is the ability of the system to maintain a uniform distribution of wax particles throughout the volume; aggregative stability is the system's ability to maintain a degree of dispersion of the solid phase. Many researchers noted the importance of these properties in the understanding of the phase transition processes; so, the proposed method can play a positive role in the problem of an adequate description of the formation processes of solid organic deposits. The research results can be used for economic and technological justification of the wax deposits control methods in the given field.

Keywords: phase diagram of reservoir fluid, wax phase transition, heavy oil component, solid wax phase.

Received on September 30, 2016 Поступила 30.09.2016

Corresponding author: Aleksey Lobanov, *address:* Naberezhnaya Severnoy Dviny, 14, Arkhangelsk, 163002, Russian Federation; *e-mail:* lobanov.mdh@gmail.com.

For citation: Lobanov A.A., Pustova E.Yu., Zolotukhin A.B. Wax Phase Behavior in Reservoir Hydrocarbon Fluids. *Vestnik Severnogo (Arkticheskogo) federal'nogo universiteta. Ser.: Estestvennye nauki*, 2016, no. 4, pp. 75–83. doi: 10.17238/issn2227-6572.2016.4.75.