

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202390486** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2024.06.21

(51) Int. Cl. **C09K 8/80** (2023.01)
E21B 43/267 (2023.01)

(22) Дата подачи заявки
2023.02.15

(54) **РАСКЛИНИВАЮЩИЙ АГЕНТ**

(96) **2023000025 (RU) 2023.02.15**

(71) Заявитель:
**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
"ФОРЭС" (RU)**

(72) Изобретатель:
**Шмотьев Сергей Фёдорович, Плинер
Александр Сергеевич, Плотников
Василий Александрович, Пейчев
Виктор Георгиевич, Тихонов Алексей
Владимирович (RU)**

(74) Представитель:
Величко Ю.В. (RU)

(57) Изобретение относится к нефтегазодобывающей промышленности, а именно к составу расклинивающего агента (проппанта), изготовленного из фракционированного природного кремнеземистого песка и предназначенного для использования при добыче нефти или газа методом гидравлического разрыва пласта - ГРП. Технической задачей изобретения является повышение устойчивости расклинивающего агента из фракционированного кремнеземистого песка к воздействию циклических сжимающих нагрузок. Указанная задача решается тем, что расклинивающий агент представляет собой природный фракционированный кремнеземистый песок, причем агент дополнительно содержит 0,1-10,0 мас.% необожженного кианита с окатанной формой частиц.

A1

202390486

202390486

A1

Расклинивающий агент

Изобретение относится к нефтегазодобывающей промышленности, а именно к составу расклинивающего агента (проппанта), изготовленного из фракционированного природного кремнеземистого песка и предназначенного для использования при добыче нефти или газа методом гидравлического разрыва пласта – ГРП.

Гидравлический разрыв пласта является процессом нагнетания жидкостей в нефтеносный или газоносный подземный пласт при высоких скоростях и давлениях, в результате чего в пласте образуются трещины. Для их удерживания в открытом состоянии после снятия давления разрыва применяется расклинивающий агент, который смешивается с нагнетаемой жидкостью. Применение ГРП усиливает приток углеводородов из природного нефтяного или газового резервуара в скважину за счет увеличения общей площади контакта между резервуаром и скважиной, а также за счет того, что проницаемость слоя (пачки) проппанта в трещине выше проницаемости пласта. К числу важнейших эксплуатационных характеристик проппанта относятся прочность, гранулометрический состав, растворимость в кислотах, форма гранул (сферичность /округлость), насыпная плотность материала, мутность (запыленность) и проводимость/проницаемость проппантной пачки.

Среди современных материалов, используемых в качестве расклинивающих агентов при ГРП, широкое применение нашли природные кремнеземистые пески и синтетические (керамические) проппанты.

Синтетические проппанты, в сравнении с природными песками, обладают более высокими показателями прочности, сферичности/округлости, мутности и проводимости/проницаемости

пропантной пачки. Технология их изготовления, в общем случае, предполагает подготовку исходной сырьевой шихты, помол шихты, гранулирование и обязательную термообработку (обжиг или плавление) полученных гранул.

В качестве исходного минерального сырья для получения таких пропантов используют природные необоженные алюмосодержащие материалы – гидраты алюминия, нефелиновые сиениты, глины, каолины, дистен – силлиманитовые концентраты, андалузит, силлиманит, кианит и кремнезем (патенты РФ №2447126, №2448142).

Известен также керамический пропант, содержащий гранулы из спеченного сырья (патент РФ № 2346971). В качестве исходного сырья использована комбинированная шихта, содержащая смесь природного боксита и, по крайней мере, одного из синтетических материалов – карбида кремния, карбида титана, нитрида кремния, нитрида титана, оксинитрида кремния, соединения типа сиалон. Исходная шихта дополнительно содержит, по крайней мере, один из ниже перечисленных материалов – природные необоженные гидраты алюминия, глины, каолины, дистен-силлиманитовые концентраты, андалузит, силлиманит, кианит, полевые шпаты, пегматиты, перлит, вермикулит, глинистые сланцы, обожженные до полного или частичного удаления химически связанной воды гидраты алюминия, бокситы, нефелиновые сиениты, глины, пиррофиллиты, дистен-силлиманитовые концентраты, андалузит, силлиманит, кианит, полевые шпаты, пегматиты, перлит, вермикулит, глинистые сланцы, технический глинозем, представляющий собой смесь переходных метастабильных форм оксида алюминия и корунда, доменные шлаки, хвосты обогащения и отходы переработки производства цветных металлов, бокситовый шлам, отходы обогащения каолинов, бой и отходы пиления и обработки камня и керамических изделий, диоксиды кремния, магния, кальция, цинка, титана, циркония, железа, марганца, олова, а

также силикат циркония. Способ получения указанного проппанта включает предварительное измельчение и смешение исходных компонентов шихты с их последующей грануляцией, сушкой, рассевом на целевые фракции и обжигом рассеянных гранул при температуре 1300-1500⁰С.

Таким образом, процесс получения синтетических проппантов, включающий операции измельчения и гранулирования, предполагает предварительный обжиг минеральных компонентов шихты и обязательный окончательный обжиг (спекание) гранулята, в результате которых происходит термическое разложение исходных минералов с образованием новых кристаллических фаз. При этом исходные минералы в конечном продукте (проппанте) отсутствуют. В частности, алюмосиликаты, содержащиеся в глинах, каолинах, кианитах, в процессе обжига преобразуются в муллит, обеспечивающий синтетическому (керамическому) проппанту требуемые технические характеристики.

Необходимо отметить, что существующие технологии изготовления керамических проппантов сопряжены с рядом сложных и энергозатратных процессов, увеличивающих стоимость продукта. В этой связи доля синтетических проппантов на рынке расклинивающих агентов составляет около 10%, в то время как прочные природные кремнеземистые пески с показателями сферичности/округлости не менее 0,6/0,6 (требования Американского института нефти - API RP 56) являются наиболее часто используемым материалом для закрепления трещин при гидроразрыве пластов, в которых напряжение сжатия не превышает 5000 psi.

Как уже отмечалось выше, природные кремнеземистые пески не обладают достаточно высокими эксплуатационными характеристиками в сравнении с синтетическими (керамическими) расклинивателями. Для улучшения конкретных технических параметров материала используют дополнительные способы модифицирования поверхности частиц песка. В

частности, для увеличения показателя сферичности/округлости и исходной прочности расклинивающего агента применяют специальную механическую обработку песка (заявка CN113845118A с датой публикации 28.12.2021). Для упрочнения и предотвращения обратного выноса проппанта из трещины применяется песок, зерна которого имеют на поверхности различные органические и неорганические полимерные покрытия (патент РФ №2703070, патенты США №3492147, №3935339).

Для увеличения проводимости/проницаемости проппантной пачки на поверхность зерен расклинивателя наносят нефтепроницаемые и водонепроницаемые покрытия (патент РФ №2490300).

Для снижения пыления расклинивающего агента при технологических перемещениях на поверхность частиц проппанта наносят пленкообразующие покрытия - талловое масло, глицерин, полиорганосилоксаны и пр. (патенты РФ №2702039, №2675705).

В силу того, что расклиниватели из природных кремнеземистых песков не обладают повышенными прочностными характеристиками, особое значение приобретает решение проблемы их устойчивости к воздействию циклических сжимающих нагрузок, возникающих при перемещении проппанта в трещинах ГРП.

Технической задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является повышение устойчивости расклинивающего агента из фракционированного кремнеземистого песка к воздействию циклических сжимающих нагрузок.

Указанная задача решается тем, что расклинивающий агент представляет собой природный фракционированный кремнеземистый песок, причем агент дополнительно содержит 0,1 – 10,0 масс.% необожженного кианита с окатанной формой частиц.

Кремнеземистый песок содержит 85 и более масс.% кварца. На поверхность частиц расклинивающего агента может быть нанесено полимерное покрытие.

Выбор кианита (алюмосиликата состава, масс %: 62,92 - Al_2O_3 ; 37,08 - SiO_2) в качестве добавки к природному кремнеземистому песку обусловлен тем, что, во - первых, прочность на раздавливание кианита близка к прочности песка, во - вторых, твёрдость кианита по шкале Мооса резко различается по направлениям: поперечная-7, вдоль кристалла-4,4 (царапается ножом). Частицы кианита, введенные в заявляемом количестве в состав проппантной пачки, располагаются в ней хаотично и находятся в окружении зерен кварца (твёрдость кварца по шкале Мооса-7). В этом случае, при воздействии циклических сжимающих нагрузок, напряжения, возникающие в проппантной пачке, релаксируются за счет вдавливания частиц кварца в частицы кианита по продольной оси или проскальзывания указанных частиц относительно друг друга без разрушения, обеспечивая тем самым повышение устойчивости расклинивающего агента из фракционированного природного кремнеземистого песка к воздействию циклических сжимающих нагрузок.

Использование в заявляемом изобретении именно необожженного кианита обусловлено тем, что при термообработке кианит преобразуется в муллит с потерей «двойной» твердости минерала по продольной и поперечной осям, что не позволяет обеспечить повышения устойчивости расклинивающего агента из природного кремнеземистого песка к воздействию циклических сжимающих нагрузок, реализуемого за счет осевой анизотропии твердости нетермообработанного кианита.

Использование кианита с окатанной формой частиц обусловлено тем, что в заявляемом изобретении частицы кианита, наряду с частицами песка, также выполняют функции расклинивающего агента и должны обладать заданными показателями сферичности/округлости, а также достаточной исходной прочностью.

Окатывание частиц кианита придает им требуемую сферичность/округлость.

Кроме того, в результате окатывания происходит снижение угловатости поверхности частиц и, как следствие, уменьшение их исходной разрушаемости, а также уменьшение разрушаемости частиц под действием циклических нагрузок.

Увеличение содержания кианита в расклинивающем агенте свыше 10 масс.% не приводит к дальнейшему повышению его устойчивости к циклическим нагрузкам. Вероятно, это вызвано возрастающим натиранием пылевидных фракций кианита под воздействием динамических нагрузок.

При проведении исследований было установлено, что для изготовления заявляемого расклинивающего агента предпочтительно использовать кремнеземистые пески, содержащие 85 и более массовых процентов кварца. Это объясняется тем, что подавляющее большинство исследованных российских фракционированных песков, содержащих менее 85 масс.% кварца, не обладали необходимой исходной разрушаемостью, соответствующей требованиям АРІРР 56. Вместе с тем, авторы подтверждают, что в рамках заявляемого изобретения могут быть использованы фракционированные кремнеземистые пески с меньшим содержанием кварца, удовлетворяющие требованиям АРІРР 56 по показателю исходной разрушаемости.

Поверхность частиц заявляемого расклинивающего агента может быть покрыта различными известными функциональными полимерами, улучшающими конкретные технические характеристики материала.

Следует добавить, что кианит обладает высокой устойчивостью к воздействию кислот. Это позволяет получить расклинивающий агент, удовлетворяющий техническим требованиям по критерию растворимости в кислотах.

Пример осуществления изобретения.

Природный кремнеземистый песок Песчанковского месторождения (Саратовская область) с размером частиц менее 2,0 мм и с показателем сферичность/округлость – 0,7/0,7, содержащий 89,9 масс.% кварца промывали водой, высушивали при температуре 150⁰С и рассевали на товарные фракции. Кианит измельчали до размера частиц менее 2,0мм, помещали в трубную мельницу и самоокатывали до показателя сферичность/округлость - 0,7/0,7. Окатанный материал промывали водой, высушивали при температуре 150⁰С и рассевали на товарные фракции. Затем фракцию песка размером 20/40 меш смешивали с фракцией кианита размером 20/40 меш в соотношении: песок 95,0 масс.%. кианит - 5 масс.%.

У полученного таким образом расклинивающего агента определяли исходную разрушаемость при однократном нагружении по общепринятой методике ISO 13503 - 2:2006, а также устойчивость к циклической сжимающей нагрузке. Устойчивость материала к циклической сжимающей нагрузке оценивали по количеству разрушенных гранул после трехкратного нагружения стандартной пробы расклинивателя давлением 4000 psi (выдержка при 4000 psi – 2 мин) с последующим снижением нагрузки до 2500 psi (пример 8 таблицы). Аналогичным образом готовили пробы расклинивающего агента с различным содержанием природного кремнеземистого песка и кианита.

Кроме того, испытывались контрольные пробы расклинивателей из соответствующих природных кремнеземистых песков, не содержащих кианита. При проведении исследований использовались: кианит (РФ, Челябинская обл.) и кремнеземистые пески различных карьеров РФ, отличающиеся по содержанию кварца.

Результаты исследований сведены в таблицу.

Анализ данных таблицы показывает, что расклинивающий агент из природного фракционированного кремнеземистого песка, дополнительно содержащий 0,1 – 10,0 масс.% необожженного кианита с окатанной формой

частиц демонстрирует повышенную устойчивость к воздействию циклической сжимающей нагрузки (примеры 2 – 4, 7 – 9, 12 – 14, 17 – 19 таблицы).

Таблица – свойства расклинивающего агента

№ п/п	Содержание кварца в природном кремнеземистом песке, масс.%	Содержание кремнеземистого песка в расклинивающем агенте, масс.%	Содержание кианита в расклинивающем агенте, масс.%	Исходная разрушаемость расклинивающего агента при однократном нагружении давлением 4000 psi, масс.%	Разрушаемость расклинивающего агента после 3 циклов нагрузки 4000/2500 psi, масс.%
1.	85,0	100	0	11,4	15,7
2.	85,0	99,9	0,1	11,6	13,8
3.	85,0	95,0	5,0	11,4	13,1
4.	85,0	90,0	10,0	11,5	12,1
5.	85,0	89,5	11,0	11,5	14,1
6.	89,9	100	0	10,1	14,2
7.	89,9	99,9	0,1	10,3	11,2
8.	89,9	95,0	5,0	10,2	10,3
9.	89,9	90,0	10,0	10,4	10,5
10.	89,9	89,5	11,0	10,3	13,9
11.	95,2	100	0	9,8	12,9
12.	95,2	99,9	0,1	9,7	11,2
13.	95,2	95,0	5,0	9,7	10,1
14.	95,2	90,0	10,0	9,8	10,1
15.	95,2	89,5	11,0	9,9	11,6
16.	99,1	100	0	9,5	12,6
17.	99,1	99,9	0,1	9,5	11,4
18.	99,1	95,0	5,0	9,6	10,0
19.	99,1	90,0	10,0	9,4	9,7
20.	99,1	89,5	11,0	9,5	11,9

Формула изобретения

1. Расклинивающий агент, представляющий собой природный фракционированный кремнеземистый песок, *отличающийся тем, что* дополнительно содержит 0,1 – 10,0 масс.% необожженного кианита с окатанной формой частиц.
2. Расклинивающий агент по п.1, *отличающийся тем, что* кремнеземистый песок содержит 85 и более масс.% кварца.
3. Расклинивающий агент по п.1, *отличающийся тем, что* на поверхность частиц нанесено полимерное покрытие.

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ

(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

202390486**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:****C09K 8/80 (2006.01)****E21B 43/267 (2006.01)**

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)

C09K 8/60, 8/80, E21B 43/267

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если возможно, используемые поисковые термины)
Espacenet, ЕАПАТИС, ЕРОQUE Net, Reaxys, Google**В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ**

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	CN 113845118 A (SHAANXI FURUIKE ENERGY TECH CO LTD et al.) 28.12.2021, реферат	1-3
A	RU 2675705 C1 (ДАУ ГЛОБАЛ ТЕКНОЛОДЖИЗ ЭЛЭЛСИ и др.) 24.12.2018, реферат, страница 5, строки 25-28	1-3
A	US 2016/0257875 A1 (IMERYS OILFIELD MINERALS, INC.) 08.09.2016, пункты 144, 149, 152 формулы	1-3
A	US 2020/0216751 A1 (PATTISON SAND COMPANY, LLC) 09.07.2020, реферат, параграф [0058]	1-3

 последующие документы указаны в продолжении

* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

«Е» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

«O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

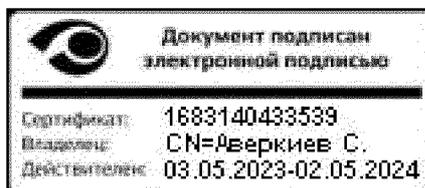
«Х» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

«У» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: 22 мая 2023 (22.05.2023)

Уполномоченное лицо:
Начальник Управления экспертизы

С.Е. Аверкиев