

Podstawowe właściwości materiałów podsadzkowych stosowanych do zabiegów hydraulicznego szczelinowania złóż węglowodorów

Basic properties of proppants used in hydraulic fracturing treatments of hydrocarbon deposits



Mgr inż. Mateusz Masłowski*)



Dr inż. Marek Czupski*)

Treść: W artykule przedstawiono charakterystykę zabiegu hydraulicznego szczelinowania z podsadzką w złożach węglowodorów. Scharakteryzowano materiały podsadzkowe stosowane do wypełnienia szczeliny. Opisano także normy i procedury badawcze stosowane do wyznaczania podstawowych właściwości materiału podsadzkowego. Następnie przedstawiono uzyskane wyniki pomiarów tych właściwości dla wybranych podsadzek wraz z zaleceniami ich stosowania do konkretnych warunków złożowych.

Abstract: This paper presents the characteristics of hydraulic fracturing treatments of hydrocarbon deposits with proppants. The proppants used to fill the fracture were described. Standards and procedures for the research used to determine the basic parameters of the proppant were presented as well. Finally, the obtained results of the properties measurements for the selected proppants along with recommendations of their use to the specific deposit conditions were analyzed.

Słowa kluczowe:

hydrauliczne szczelinowanie, podsadzki, podstawowe właściwości podsadzek

Key words:

hydraulic fracturing, proppants, basic properties of proppants

1. Wprowadzenie

Hydrauliczne szczelinowanie z podsadzką jest jedną z najstarszych metod stymulacji konwencjonalnych złóż węglowodorów [4, 5, 13]. Zabieg ten przeprowadza się w skałe piaskowcowej, jak i również węglanowej charakteryzującej się małą lub bardzo małą przepuszczalnością. Wykonuje się go w celu zwiększenia powierzchni kontaktu odwiertu ze złożem oraz połączenia odwiertu poprzez szczelinę z bardziej odległymi partiami złoża [4]. Powstanie szczeliny w złożu następuje w wyniku mechanicznego oddziaływania naprężeń rozrywających caliznę skał złożowych [4]. Naprężenia te powstają w wyniku działania ciśnienia cieczy zwanej cieczą szczelinującą, zatłaczanej do złoża pod ciśnieniem większym od ciśnienia szczelinowania złoża. Jako cieczy szczelinujące stosuje się najczęściej wodne roztwory polimerów liniowych i sieciowanych (quar, HPG lub CMHPG) wraz z dodatkami [4].

Propagacja szczeliny odbywa się w płaszczyźnie prostopadłej do kierunku najmniejszego naprężenia głównego występującego w złożu. Wyróżnia się dwa rodzaje szczelin, tj. poziomą i pionową. Podczas trwania zabiegu, ciecz szczelinująca powinna posiadać w warunkach złożowych lepkość pozorną rzędu co najmniej 100 mPa·s przy szybkości ścinania 40 s⁻¹, ponieważ przyjmuje się, że taka szybkość ścinania występuje w szczelinie [4]. Natomiast po przeprowadzeniu zabiegu, jej lepkość powinna zostać zmniejszona do wartości kilku mPa·s, a tym samym zapewnić łatwy jej odbiór ze szczeliny na powierzchnię odwiertu oraz zminimalizować uszkodzenie przepuszczalności i przewodności szczeliny [4].

Wydobycie węglowodorów ze złóż niekonwencjonalnych jest stosunkowo nową gałęzią przemysłu naftowego. Złoża niekonwencjonalne to między innymi [3,10]: złoża typu zamkniętego (*tight gas*) oraz formacje łupkowe (*shale gas*). Eksploatacja ich jest ekonomiczna jedynie po wykonaniu wielu zabiegów hydraulicznego szczelinowania z podsadzką, prowadzących do uzyskania w skałe systemu licznych

*) Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy, Oddział Krosno

szczelin i mikropęknięć, umożliwiających uwolnienie się zaadsorbowanego gazu oraz przepływ płynów złożowych z sieci porów do odwiertu [8, 10]. Taka sieć szczelin pozwoli na uzyskanie dużej powierzchni kontaktu złoża z odwiertem. Znaczną liczbę zabiegów w łupkach kruchych przeprowadza się z użyciem cieczy nieagresywnej o bardzo niskiej lepkości, nieprzekraczającej 10 mPa·s. Technologia ta nosi nazwę *slickwater fracturing* [3,8,10]. Jako ciecze szczelinujące stosuje się wodne roztwory poliakryloamidu (w ilości nieprzekraczającej 1 %) lub naturalnego polimeru liniowego (w ilości 0,6÷1,2 kg/m³). Geometria utworzonych szczelin w formacjach łupkowych jest bardzo złożona i zależna od obszarów zdolnych do pęknięcia.

Zarówno w przypadku zabiegów stymulacyjnych wykonywanych na złożach konwencjonalnych, jak i niekonwencjonalnych, należy powstałą szczelinę podsadzić materiałem podsadzkowym (*proppantem*), zapobiegającym całkowitemu jej zamknięciu, gdy ciśnienie po zabiegu spadnie poniżej ciśnienia zamknięcia szczeliny. Materiał podsadzkowy jest transportowany z powierzchni na dno odwiertu i do szczeliny za pomocą płynów szczelinujących mających nazwę nośnika. To, w jaki sposób i ile podsadzki zostanie zatłoczone do szczeliny decyduje o przepuszczalności i hydroprzewodności szczeliny. Dlatego też materiał podsadzkowy musi charakteryzować się wieloma odpowiednimi właściwościami, które zostaną omówione w dalszej części artykułu. Schemat wykonania zabiegu hydraulicznego szczelinowania z podsadzką przedstawia rysunek 1 [1, 11, 12].

2. Rodzaje stosowanych materiałów podsadzkowych.

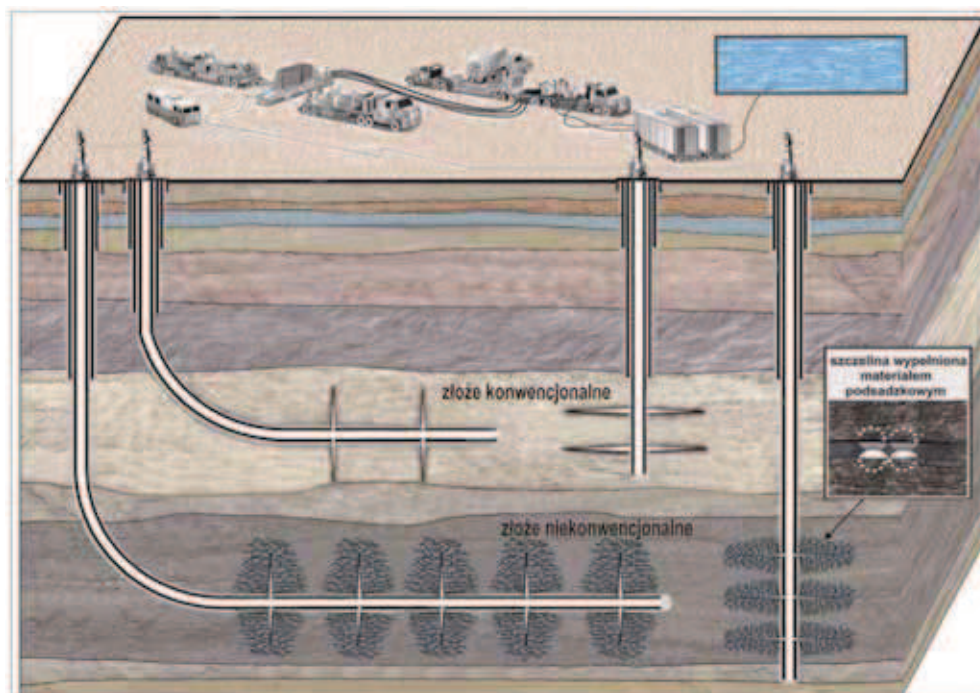
Do zabiegów hydraulicznego szczelinowania jako materiał podsadzkowy, stosuje się najczęściej [4, 10, 13]:

- piasek kwarcowy;
- piasek kwarcowy żywicowany;
- ultraleką podsadzkę ceramiczną (ULWCP – *Ultra-Lightweight Ceramic Proppants*);

- lekką podsadzkę ceramiczną (LWCP – *Lightweight Ceramic Proppants*);
- podsadzkę ceramiczną o średniej wytrzymałości (ISP – *Intermediate-Strength Proppants*);
- podsadzkę o wysokiej wytrzymałości (HSP – *High-Strength Proppants*);

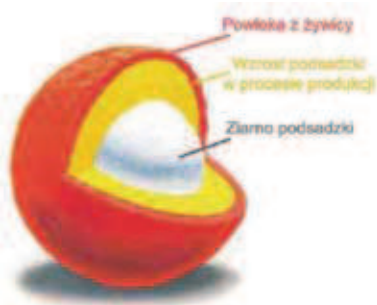
Tradycyjnym materiałem podsadzkowym jest odpowiednio przygotowany i sprawdzony naturalny piasek kwarcowy [4, 10]. Zalicza się go do grupy podsadzek o niskiej wytrzymałości na ściskanie. Głównym jego składnikiem jest krzemionka (kwarc) SiO₂, stanowiąc około 80÷99,8% podsadzki. Jest on wydobywany metodą odkrywkową, a następnie ziarna piasku są przesiewane, segregowane i mieszane we właściwych proporcjach w celu uzyskania podsadzki o odpowiednich właściwościach i znormalizowanej granulacji. Gęstość nasypowa stosowanych podsadzek kwarcowych wynosi poniżej 1,65 g/cm³, natomiast gęstość pozorną (ciężar właściwy) poniżej 3,0 g/cm³. Stosuje się go do szczelinowania złóż konwencjonalnych oraz niekonwencjonalnych, zalegających na płytkich i średnich głębokościach nieprzekraczających 2000 m, gdzie występują naprężenia ściskające nie przekraczające 41,4 MPa (6000 psi) [2,10]. Jest to łatwo dostępny oraz najtańszy materiał podsadzkowy.

Następną grupą materiałów podsadzkowych jest piasek kwarcowy pokryty żywicą [10]. W grupie tej stosuje się różne rodzaje żywic do powlekania ziaren, różne warstwy żywicy nałożonych na ziarna, a także różne metody żywicowania. Piaski są żywicowane i utwardzane przemysłowo lub pokrywane jedną warstwą żywicy, a utwardzanie następuje w szczelinie (*coated on fly*). Utwardzacz jest dodawany do jednego ze składników płynu nośnikowego i zatłaczany wraz z podsadzką do szczeliny. Podsadzka może mieć wówczas poszerzony zakres wytrzymałości w stosunku do jej pierwotnej postaci. Stosuje się je głównie do zabiegów szczelinowania złóż na średniej głębokości oraz w celu zapobiegania wystąpienia niekorzystnego zjawiska wymywania podsadzki ze szczeliny [4]. Również podsadzki ceramiczne opisane



Rys. 1. Schemat zabiegu hydraulicznego szczelinowania z podsadzką w złożu węglowodorów [1, 11, 12]
Fig. 1. Scheme of hydraulic fracturing treatment in hydrocarbon deposit with proppant

w dalszej części artykułu mogą być dodatkowo pokrywane żywicą. Przykładowe pokrycie podsadzki powłoką żywiczną przedstawia rysunek 2 [2, 10].



Rys. 2. Przykładowe pokrycie ziarna podsadzki powłoką z żywicy [2, 10]

Fig. 2. Example of proppant grain covered with resin coating [2, 10]

Ostatnią grupę materiałów podsadzkowych stanowią podsadzki ceramiczne o różnej zawartości tlenku glinu Al_2O_3 [10]. Zalicza się do nich ultralekkie podsadzki ceramiczne (ULWCP – *Ultra-Lightweight Ceramic Proppants*) posiadające małą zawartość tlenku glinu. Charakteryzują się one niską gęstością nasypową, poniżej $1,30 \text{ g/cm}^3$, a ich gęstość wynosi poniżej $2,40 \text{ g/cm}^3$. Posiadają one niską wytrzymałość na ściskanie, zbliżoną do podsadzki kwarcowej. Stosuje się je do szczelinowania złóż niekonwencjonalnych w technologii *slickwater fracturing*, zalegających na płytkich i średnich głębokościach, gdzie występują naprężenia ściskające nie przekraczające $41,4 \text{ MPa}$ (6000 psi). W przypadku szczelinowania złóż niekonwencjonalnych zalegających na głębokościach $2000\div 3500 \text{ m}$, gdzie panują większe naprężenia ściskające dochodzące do $69,0 \text{ MPa}$ ($10\ 000 \text{ psi}$), a temperatura złożowa wynosi rzędu $80\div 100^\circ\text{C}$, częściej stosuje się lekką podsadzkę ceramiczną (LWCP – *Lightweight Ceramic Proppants*). W tego typu podsadzce zawartość tlenku glinu jest rzędu $5\div 35 \%$. Do produkcji podsadzek ceramicznych wykorzystuje się przede wszystkim mieszanki: glinu, kaolinów oraz boksytów. Lekkie podsadzki ceramiczne zawierają najczęściej w swoim składzie mineralogicznym: mullit (*kalcynowany kaolin*) $60\div 85 \%$, krzemionkę $5\div 35 \%$ oraz krystobalit $0\div 20 \%$. Występują również podsadzki o składzie mineralogicznym: mullit $65\div 85 \%$, korund $15\div 35 \%$. Z zawartością: Al_2O_3 i SiO_2 oraz nieznaczną ilością TiO_2 i Fe_2O_3 . Lekkie podsadzki ceramiczne posiadają gęstość nasypową rzędu $1,40\div 1,60 \text{ g/cm}^3$, a ich gęstość pozorną jest rzędu $2,50\div 2,90 \text{ g/cm}^3$. Charakteryzują się one lepszymi właściwościami od piasków, tj. lepszą krągłością i kulistością ziaren oraz zdecydowanie większą wytrzymałością na ściskanie. Podsadzkę ceramiczną o średniej wytrzymałości (ISP) stosuje się częściej w złożach konwencjonalnych i niekonwencjonalnych, gdzie naprężenia ściskające wynoszą około $86,0 \text{ MPa}$ ($12\ 500 \text{ psi}$). Gęstość nasypowa tych podsadzek jest w zakresie $1,70\div 1,90 \text{ g/cm}^3$, natomiast gęstość pozorną jest rzędu $3,10\div 3,30 \text{ g/cm}^3$. Natomiast do podsadzki ceramicznej o wysokiej wytrzymałości (HSP) zalicza się między innymi spieki boksytu, tlenek cyrkonu, itp. Ich gęstość nasypowa wynosi około $1,90\div 2,10 \text{ g/cm}^3$, natomiast gęstość pozorną jest większa od $3,45 \text{ g/cm}^3$. Materiał ceramiczny o wysokiej wytrzymałości na naprężenia ściskające stosuje się częściej do szczelinowania złóż konwencyjnych, gdzie występują bardzo wysokie naprężenia ściskające i wysokie temperatury około 120°C .

3. Normy i procedury badawcze stosowane do wyznaczenia podstawowych właściwości materiału podsadzkowego.

Jak wspomniano wcześniej, zadaniem materiału podsadzkowego jest utrzymanie utworzonej szczeliny w stanie rozwarcia po zakończeniu zabiegu hydraulicznego szczelinowania. Stosowanie odpowiedniego materiału podsadzkowego uzależnione jest od wytrzymałości na naprężenia, jakim jest on poddawany. Idealny materiał podsadzkowy powinien wykazywać następujące cechy: mieć odpowiednią wytrzymałość na jednoosiowe ściskania, nie deformować się, być obojętny chemicznie, mieć małą gęstość, powinien być łatwo dostępny, stawiać opór zjawisku wymywania (*flowback*), nie ulegać wciskaniu w skałę złożową (zjawisko *embedment*), jego zastosowanie powinno być ekonomicznie opłacalne.

Każdy materiał podsadzkowy poddawany jest licznym badaniom laboratoryjnym. Podstawowe badania proppantów mają na celu stwierdzenie, czy dany materiał może być stosowany jako podsadzka do zabiegów hydraulicznego szczelinowania złóż. Do podstawowych właściwości (jakości) materiału podsadzkowego zalicza się [6, 9]: rozkład granulometryczny, średnią średnicę ziaren, krągłość i kulistość ziaren, rozpuszczalność w kwasie, zawartość zanieczyszczeń, gęstość nasypową, gęstość pozorną, gęstość absolutną oraz wytrzymałość na ściskanie. Do ich wyznaczenia stosuje się procedury badawcze szczegółowo opisane w normie:

– International Standard ISO 13503-2:2006(E): *Measurement of properties of proppants used in hydraulic fracturing and gravel-packing operations* [6];

oraz odpowiadającej jej Polskiej normie:

– PN-EN ISO 13503-2: *Pomiary właściwości materiałów podsadzkowych używanych podczas zabiegów hydraulicznego szczelinowania oraz wykonywania obsypki żwirowej (ISO 13503-2:2006)* [9].

Norma ta dotyczy standardowych podsadzek o rozmiarach: $3350/1700$, $2360/1180$, $1700/1000$, $1700/850$, $1180/850$, $1180/600$, $850/425$, $600/300$, $425/250$, $425/212$, $212/106 \mu\text{m}$ ($6/12$, $8/16$, $12/18$, $12/20$, $16/20$, $16/30$, $20/40$, $30/50$, $40/60$, $40/70$ i $70/140 \text{ mesh}$). Znajduje się w niej również aneks:

– International Standard ISO 13503-2:2006/Amd.1:2009(E): *Measurement of properties of proppants used in hydraulic fracturing and gravel-packing operations, AMENDMENT 1: Addition of Annex B: Proppant specification* [7],

który podaje graniczne wartości mierzonych właściwości podczas poszczególnych testów dla różnych rodzajów podsadzek.

Zgodnie z zapisem w normie, pierwszym testem wykonywanym na przygotowanych próbkach podsadzki jest ustalenie jej składu granulometrycznego (analiza sitowa) [6,7,9]. Dla badanej granulacji podsadzki przygotowuje się zgodnie z normą zestaw sit, składający się z siedmiu sit i denka. Próbkę 100 g podsadzki wsypuje się na górne sito i przesiewa za pomocą wytrząsarki mechanicznej przez czas 10 minut . Następnie na wadze analitycznej waży się odpowiednie frakcje z poszczególnych sit. Norma podaje, że co najmniej 90% próbki podsadzki powinno zawierać się w granicach badanej granulacji podsadzki, podanych przez producenta (przykładowo dla podsadzki $20/40 \text{ mesh}$, minimum 90% całkowitej masy podsadzki powinno znajdować się poniżej sita o rozmiarze 20 mesh oraz na sicie o rozmiarze 40 mesh). Ponadto na pierwszym sicie w zestawie może pozostać nie więcej niż $0,1 \%$ ziaren podsadzki, natomiast $\%$ masowy ziaren, które przeszły przez ostatnie sito nie może przekroczyć $1,0 \%$. Następnie wykorzystując dane uzyskane z analizy sitowej wyznacza się średnią średnicę d_m podsadzki, określaną zgodnie z normą, wg równania nr 1 [6,9].

$$d_{av} = \frac{\sum n \cdot d}{\sum n} \quad (1)$$

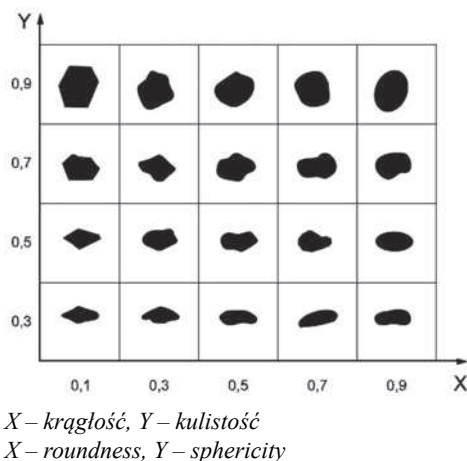
gdzie:

d_{av} – średnia średnica ziaren podsadzki, μm

$n \cdot d$ – średni rozmiar ziaren (d) pomnożony przez ilość ziaren (n) w %, μm

Wyznaczoną wartość średniej średnicy d_{av} wykorzystuje się do scharakteryzowania rozkładu materiału podsadzkiowego używanego podczas szczelinowania hydraulicznego.

Kolejnym testem wykonywanym zgodnie z normą jest określenie kształtu ziaren podsadzki, tj. kulistość i krągłość. Kulistość jest miarą zbliżenia kształtu ziaren podsadzki do kształtu kuli. Krągłość jest miarą względnej ostrości krawędzi lub krzywizny ziaren podsadzki. Dla ziaren o łagodnych krawędziach krągłość jest duża, natomiast dla ziaren ostrokrawędzistych jest ona mała. Jest to ocena subiektywna, gdyż polega na porównywaniu oglądanych pod mikroskopem kształtów ziaren podsadzki z kształtami zilustrowanymi na wzorcowym diagramie Krumbeina Slossa (rys. 3), wg normy ISO [6,9].



Rys. 3. Wzorcowy diagram Krumbeina Slossa [6,9]

Fig. 3. Model Krumbein Sloss chart [6, 9]

Z rozsypanych ziaren podsadzki wybiera się przynajmniej 20 i ocenia się je pod mikroskopem przy powiększeniu ($10 \times$ – $40 \times$)-krotnym. Dla każdego z oglądanych ziaren poprzez porównanie z diagramem Krumbeina Slossa przedstawionym na rysunku nr 3 określa się dwa parametry, tj. kulistość i krągłość. Przy określaniu kształtu ziaren piasku dodatkowo można sprawdzać również, czy ziarna podsadzki nie są ze sobą połączone tworząc konglomeraty (kompleksy ziaren, skupiska). Norma podaje, że kulistość oraz krągłość dla podsadzki ceramicznej lub podsadzki pokrytej żywicą nie powinna być mniejsza niż 0,7 [7]. Natomiast dla podsadzki kwarcowej nie powinna być mniejsza niż 0,6 [7].

Następnym parametrem wyznaczanym zgodnie z normą jest rozpuszczalność podsadzki w mieszaninie kwasów HCl:HF (odpowiednio 12 %:3 %) [6,9]. Rozpuszczalność podsadzki w kwasie służy do określenia ilości znajdujących się w niej rozpuszczalnych materiałów (np. węglanów, skaleni, tlenków żelaza, gliny, itp.). Pomiar ten polega na określeniu procentowego ubytku masy 5 g próbki podsadzki, które zostaje poddane działaniu mieszaniny kwasów HCl:HF (12:3) w temperaturze 66 °C przez okres 30 minut. Procentową rozpuszczalność S podsadzki w mieszaninie kwasów HCl:HF (12:3), określa się wg równania 2 [6, 9].

$$s = \frac{(m_s + m_f - m_{FS})}{m_s} \cdot 100 \% \quad (2)$$

gdzie:

m_s – masa próbki podsadzki, g

m_f – masa zestawu filtracyjnego, g

m_{FS} – masa zestawu filtracyjnego wraz z podsadzką, g

Według normy maksymalna rozpuszczalność S podsadzki ceramicznej w kwasie HC:HF może wynosić 7,0 %, natomiast dla podsadzki kwarcowej i podsadzki pokrytej żywicą o granulacji większej lub równej 30/50 może wynosić 2,0 %, a o granulacji mniejszej niż 30/50 wynosi 3,0 % [7].

Kolejnym parametrem wyznaczanym zgodnie z normą jest określenie zmętnienia, tj. zawartości zanieczyszczeń (zawiesin, drobnych cząstek stałych) w badanej podsadce [6,9]. Pomiar ten wykonuje się metodą fotometryczną. Norma przewiduje pomiar w jednostkach FTU (*formazin turbidity units*) lub NTU (*nephelometric turbidity unit*). Badanie polega na odmierzeniu 20 ml podsadzki, którą umieszcza się w 250 ml szklanej kolbie, a następnie wlewa się do niej 100 ml wody destylowanej i zatyka korkiem. Zawartość kolby odstawia się na 30 minut. Po tym czasie wstrząsa się ją na specjalnym wibratorze (wytrząsarce) przez 30 sekund, a następnie zdejmuje się korek i odstawia się kolbę na 5 minut. Po upływie tego czasu, za pomocą strzykawki pobiera się z kolby 25 ml zawiesiny z jej środkowej części i umieszcza się ją w naczyniu pomiarowym fotometru. Zmętnienie wyznacza się w jednostkach FTU. Norma ISO zaleca, aby zmętnienie wody destylowanej z podsadzką nie przekraczało wartości 250 FTU.

Następnie wyznacza się dla podsadzki gęstość nasypową ρ_{bulk} oraz gęstość pozorną ρ_p [6, 9]. Gęstość nasypowa opisuje nam, jaka masa podsadzki wypełnia jednostkę objętości. Uwzględnia ona zarówno sam materiał, jak i jego porowatość. Służy do określenia masy materiału podsadzkiowego potrzebnej do wypełnienia szczeliny lub zbiornika do przechowywania tego materiału podsadzkiowego. Określenie gęstości nasypowej ρ_{bulk} polega na wypełnieniu badaną podsadzką wcześniej zważonego suchego cylindra pomiarowego z mosiądzu o całkowitej objętości równej 100 ml. Kolejno waży się cylinder pomiarowy wraz z podsadzką i określa się masę podsadzki znajdującą się w objętości 100 ml. Wartość gęstości nasypowej ρ_{bulk} podsadzki wyznacza się wg równania nr 3 [6, 9].

$$\rho_{bulk} = \frac{m_p}{V_{cyl}} \quad (3)$$

gdzie, m_p – masa podsadzki znajdującej się w cylindrze pomiarowym, wyznaczona wg równania 4

$$m_p = m_{f+p} - m_f \quad (4)$$

gdzie:

m_{f+p} – masa cylindra pomiarowego wraz z podsadzką, g

m_f – masa pustego cylindra pomiarowego, g

Gęstość pozorną ρ_p jest mierzona w cieczy o niskiej lepkości (nieprzekraczającej 5 cP), która zwilża powierzchnię cząstek. Wyznacza się ją w temperaturze otoczenia, przy użyciu piknometru o objętości 25 ml lub 50 ml. Pomiar gęstości pozornej polega na wcześniejszym zważeniu suchego piknometru. Następnie waży się piknometr wypełniony cieczą (np. naftą) w temperaturze otoczenia. Kolejno umieszcza się 10 g próbki badanej podsadzki w piknometrze z cieczą (naftą) i waży się całość. Gęstość pozorną ρ_p podsadzki wyznaczmy wg równania nr 5 [6, 9].

$$\rho_p = \frac{m_p \cdot \rho_l}{m_{p+l} + m_p - m_{f+l+p}} \quad 5)$$

gdzie:

- m_p – masa badanej podsadzki, g
- m_{f+l} – masa piknomienu wypełnionego cieczą (naftą), g
- m_{f+l+p} – masa piknomienu wypełnionego cieczą (naftą) i badaną podsadzką, g
- ρ_l – odczytana wartość gęstości dla cieczy (nafty) w temperaturze pomiaru, g/cm³, lub
- ρ_l – gęstość cieczy (nafty) w temperaturze pomiaru, wyznaczona wg równania nr 6 [6, 9]

$$\rho_l = \frac{m_{f+l} - m_f}{V_{pyc}} \quad 6)$$

gdzie:

- m_f – masa pustego piknomienu, g
- V_{pyc} – objętość piknomienu, cm³

Ostatnim wykonywanym testem według norm jest badanie wytrzymałości podsadzki na ściskanie [6, 9]. Służy ono do określenia ilości skruszonej podsadzki podczas testu jej zgniatania. Ocena wyników badań wytrzymałościowych podsadzek powinna dostarczać wskazówek dotyczących poziomu naprężeń, przy których podsadzka ulega nadmiernemu kruszeniu oraz wyznaczeniu maksymalnego naprężenia, któremu podsadzka powinna być poddana. Do badań pobiera się 100 g próbki podsadzki, a następnie przesiewa się ją poprzez zestaw dwóch granicznych sit (np. 20 i 40 mesh dla podsadzki o granulacji 20/40 mesh). Masa próbki podsadzki stosowana w teście ma wypełniać objętość cylindrycznej komory wytrzymałościowej do takiego poziomu, aby uzyskać koncentrację powierzchniową 4 lb/ft² tj. 1,95 g/cm². Dla podsadzek o różnych gęstościach nasypowych wymagane są różne masy m_p , określane wg równania 7 [6, 9]

$$m_p = 24,7 \text{ cm}^3 \cdot \rho_{bulk} \quad 7)$$

gdzie:

- m_p – masa próbki podsadzki, g
- ρ_{bulk} – wyznaczona gęstość nasypowa podsadzki, g/cm³

Z dolnego sita odważa się masę m_p próbki podsadzki (równą masie m_p) i umieszcza się wewnątrz cylindrycznej komory wytrzymałościowej. Tak przygotowaną komorę zamyka się tłokiem, a następnie umieszcza się na prasie hydraulicznej (rys. 4) i poddaje działaniu odpowiedniego naprężenia przez okres 2 minut.

Następnie zdejmujemy naprężenie i tłok z komory, usuwamy z komory podsadzkę i ponownie przesiewamy ją przez zestaw wcześniej używanych dwóch sit. Określamy masę okruchów (zniszczone ziarna podsadzki), które przeszły przez sito 40 mesh (okruchy znajdujące się w denku) po przesiewaniu. Określamy procentową masę m'_{pan} zniszczonych ziaren podsadzki wg równania nr 8 [6, 9]

$$m'_{pan} = \frac{m_{pan}}{m_s} \cdot 100 \% \quad 8)$$

gdzie:

- m_{pan} – masa okruchów (zniszczone ziarna podsadzki), g

Zakres naprężeń działających na badaną podsadzkę w komorze przedstawia tabela nr 5 w normie ISO 13503-2:2006(E) [6, 9]. Dla podsadzek sztucznych wynoszą one



Rys. 4. Prasa hydrauliczna wraz z cylindryczną komorą wytrzymałościową znajdującą się w INiG-PIB Zakład Stymulacji Wydobywania Węglowodorów, oddział Krosno

Fig. 4. Hydraulic press along with cylindrical high-durability chamber in the INiG-PIB Plant of Hydrocarbons Mining Stimulation in Krosno

min. 34,5 MPa (5000 psi) i maks. 103,4 MPa (15 000 psi). W tym zakresie określa się wartość naprężenia, przy którym zniszczeniu ulega 10% masy podsadzki. Następnie w oparciu o procedurę i tabelę nr B.4, znajdującą się w Aneksie B - ISO 13503-2:2006/Amd.1:2009(E) określa się klasę zniszczenia podsadzki, odpowiadającą maksymalnej wartości naprężenia powodującego zniszczenie nie więcej niż 10 % masy podsadzki [7].

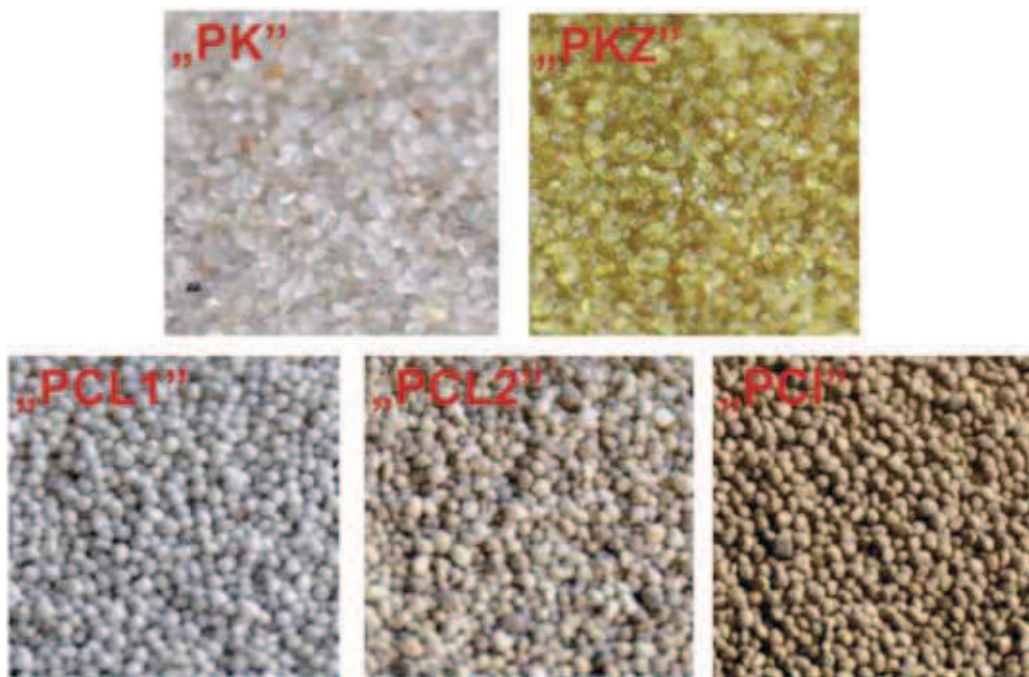
4. Wyznaczenie parametrów dla przykładowych materiałów podsadzkowych.

W przypadku złóż konwencjonalnych najczęściej stosuje się podsadzkę o granulacji równej lub większej niż 850/425 μm (20/40 mesh). Natomiast dla złóż niekonwencjonalnych stosuje się podsadzkę o granulacji równej lub mniejszej niż 600/300 μm (30/50 mesh). Do badań użyto podsadzkę kwarcową (oznaczoną jako „PK”), podsadzkę kwarcową pokrytą żywicą (oznaczoną jako „PKZ”), dwie lekkie podsadzki ceramiczne (oznaczone jako „PCL1” i „PCL2”) oraz podsadzkę ceramiczną o średniej wytrzymałości (oznaczoną jako „PCT”), przedstawione na rysunku 5. Granulacja podsadzek wynosiła 425/212 μm (40/70 mesh).

Podsadzką kwarcową „PK” jest piasek kwarcowy (99,0 % kwarcu) o właściwościach porównywalnych do piasku „Northern White Sand” wydobywanego na środkowym zachodzie USA.

Podsadzką kwarcową pokrytą żywicą „PKZ” jest piasek kwarcowy (Northern White Sand, około 99,8 % kwarcu, wydobywany w USA) pokryty mieszaniną żywicy fenylowo-formaldehydowej utwardzonej heksametylenotetraaminą. Jest ona kompatybilna z tradycyjnymi płynami szczelinującymi oraz z środkami pianotwórczymi.

Lekką podsadzką ceramiczną „PCL1” jest to podsadzka o składzie mineralicznym: mullit (*kalcynowany kaolin*) 60÷85 %, krzemionka amorficzna 5÷35 % oraz krystalobalit 0÷20 %.



Rys. 5. Zdjęcia podsadzek o granulacji 425/212 μm (40/70 mesh) użytych do badań (objaśnienia skrótów w tekście)

Fig. 5. Photos of proppants used for the research with granulation of 425/212 μm (40/70 mesh) (explanation of abbreviations in the paper)

Kolejna lekka podsadzka ceramiczna „PCL2” charakteryzowała się następującym składem mineralogicznym: mullit 65÷85 %, korund 15÷35 %.

Podsadzka ceramiczna o średniej wytrzymałości „PCI” jest mechanicznie i termicznie obrabiana ruda boksytu.

Wartości podstawowych parametrów wyznaczone dla badanych podsadzek zostały przedstawione w tabelicy nr 1 oraz na rysunku 6.

5. Podsumowanie

Przedstawione w artykule metody i procedury badawcze podstawowych właściwości materiałów podsadzkowych służą

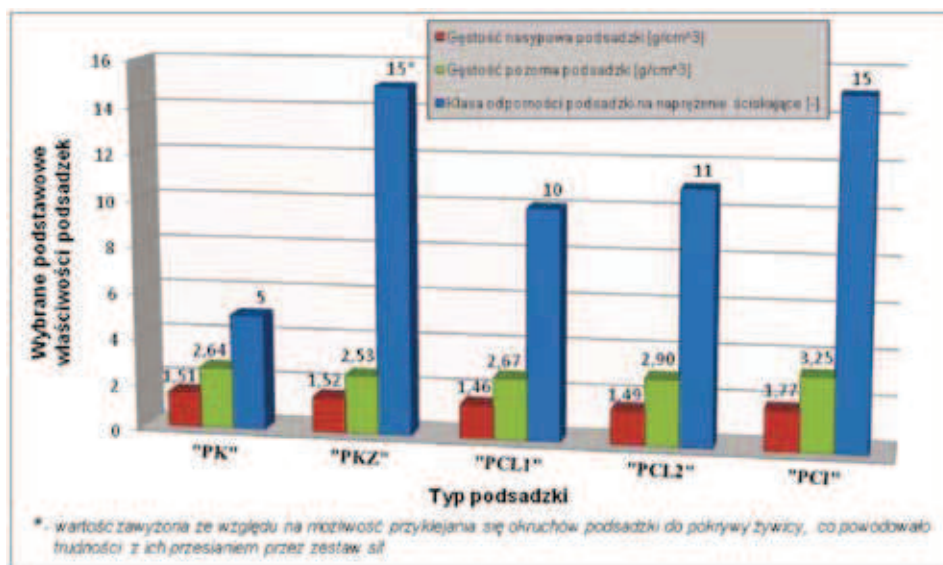
do wstępnego sprawdzenia i wytypowania ich do dalszych badań w celu prawidłowego doboru do danego zabiegu hydraulicznego szczelinowania. Badane materiały podsadzkowe spełniają wszystkie kryteria dotyczące ich podstawowych właściwości zgodnie z normami i procedurami badawczymi opisanymi w artykule. Najmniejszą gęstością nasypową charakteryzowała się podsadzka ceramiczna „PCL1”, dla której wynosiła ona 1,46 g/cm³. Jej gęstość pozorną wyniosła natomiast 2,67g/cm³. Największą wartością gęstości nasypowej charakteryzowała się podsadzka ceramiczna „PCI” i była ona równa dla niej 1,77 g/cm³. Jej gęstość pozorną wyniosła 3,25 g/cm³. Ze względu na tak wysoką wartość gęstości nasypowej i pozornej, nie zaleca się używania jej do zabiegów szczelinowania złóż niekonwencjonalnych, ponieważ stosuje się tutaj

Tablica 1. Zestawienie wyznaczonych właściwości badanych materiałów podsadzkowych

Table 1. Summary of the determined properties of the tested proppants

Nr badanej podsadzki	„PK”	„PKZ”	„PCL1”	„PCL2”	„PCI”
Kryterium składu granulometrycznego podsadzki 40/70 mesh (analiza sitowa)	spełnia kryterium	spełnia kryterium	spełnia kryterium	spełnia kryterium	spełnia kryterium
Średnia średnica d_{50} podsadzki [mm]	0,322	0,364	0,366	0,334	0,375
Kulistość [-]	0,68	0,73	0,74	0,75	0,72
Krągłość [-]	0,67	0,71	0,72	0,73	0,75
Rozpuszczalność w kwasie [%]	2,6	3,6	3,4	5,3	4,1
Zmętnienie [FTU]	112,0	3,6	245,0	170,0	247,0
Gęstość nasypowa ρ_{bulk} [g/cm ³]	1,51	1,52	1,46	1,49	1,77
Gęstość pozorną ρ_p [g/cm ³]	2,64	2,53	2,67	2,90	3,25
Klasa odporności na naprężenia ściskające [-] (odpowiadająca maksymalnemu naprężeniu ściskającemu, powodującemu zniszczenie nie więcej niż 10% podsadzki)	5K	15K*	10K	11K	15K

* – wartość zawyżona ze względu na możliwość przyklejania się okruszków podsadzki do pokrywy żywicy, co powodowało trudności z ich przesianiem przez zestaw sit



Rys. 6. Zestawienie wybranych podstawowych właściwości materiałów podsadzkowych (objaśnienia skrótów w tekście)

Fig. 6. Summary of the selected basic properties of proppants (explanation of abbreviations in the paper)

pliny szczelinujące o niskich lepkościach, nieprzekraczających 10 Pa·s (tzw. technologia *slickwater fracturing*). Płyny te charakteryzują się słabymi parametrami nośnikowymi. Ciężka podsadzka wytrąca się z nich zaraz po przejściu przez perforację i wejściu do szczeliny w wyniku zmniejszenia szybkości przepływu i działania siły ciężkości. Powoduje to osadzenie się takiej podsadzki i nagły wzrost ciśnienia przy odwiercie oraz problemy z dalszą propagacją szczeliny. Pozostałe cztery badane podsadzki mogą być stosowane do tych zabiegów, ze względu na niewielkie gęstości nasypowe. Badane podsadzki ceramiczne oraz piasek pokryty żywicą charakteryzują się lepszymi właściwościami kształtu ziaren (tj. krągłość i kulistość) od podsadzki kwarcowej. Natomiast w porównaniu do niej charakteryzują się większą rozpuszczalnością w mieszaninie kwasów (HF/HCl), ale nie przekraczają dozwolonej wartości wyznaczonej przez normę. Najmniejszą wytrzymałość na ściskanie uzyskał piasek kwarcowy. Zniszczenie ponad 10% ziaren uzyskano przy naprężeniu ściskającym w przedziale 34,5÷41,4 MPa (5000÷6000 psi), a tym samym podsadzkę zaklasyfikowano wg procedury określonej w Aneksie B normy ISO 13503-2 [7] do klasy 5K. Natomiast najwyższą klasę posiadała podsadzka „PCI”, tj. 15K. Przykładowo złoża niekonwencjonalne występujące w Polsce najczęściej zalegają na średnich głębokościach, rzędu 2000÷3500 m, gdzie występują większe naprężenia ściskające, dochodzące do 69,0 MPa (10 000 psi), a temperatura złożowa jest rzędu 80÷100 °C. Najlepszym materiałem podsadzkowym stosowanym do zabiegów w tych złożach może być lekka podsadzka ceramiczna „PCL1” i „PCL2”. Natomiast w przypadku złóż konwencjonalnych zaleca się stosowanie podsadzek o granulacji większej lub równej 850/425 μm (20/40 mesh).

W celu lepszego doboru materiału podsadzkowego do zabiegu szczelinowania wykonuje się testy przewodności i przepuszczalności, tzw. testy krótkie (wg norm API 61), oraz testy długie (wg normy PN-EN ISO 13503-5). Celem tych testów jest określenie przewodności i przepuszczalności szczeliny wypełnionej materiałem podsadzkowym w funkcji naprężenia ściskającego z uwzględnieniem czasu działania tego naprężenia, wielkości przepływu oraz temperatury.

6. Literatura

1. Baumgartner S., Upstream Technology: Overview of Hydraulic Fracturing. 7.IV.2011.
2. Beckmann G.: "Measuring the Size and Shape of Frac Sand and other Proppants". Webinar Presentation, 09.03.2012.
3. Czupski M., Kasza P., Wilk K.: Płyny do szczelinowania złóż niekonwencjonalnych. Nafta-Gaz, nr 1.2013, str. 42÷50.
4. Economides M.J., Nolte K.G.: Reservoir Stimulation. Second edition. Prentice Hall, Houston, 1989.
5. Gidley J.L., Holditch S.A., Nierode D.A., Veatch R.V.: Recent Advances in Hydraulic Fracturing. SPE, 1989.
6. International Standard ISO 13503-2:2006(E): "Petroleum and natural gas industries – Completion fluids and materials – Part 2: Measurement of properties of proppants used in hydraulic fracturing and gravel-packing operations, Annex A – Formazin solution preparation". First edition, 01.11.2006.
7. International Standard ISO 13503-2:2006/Amd.1:2009(E): "Petroleum and natural gas industries – Completion fluids and materials – Part 2: Measurement of properties of proppants used in hydraulic fracturing and gravel-packing operations, AMENDMENT 1: Addition of Annex B: Proppant specification". 01.11.2009.
8. Kasza P.: Zabiegi stymulacji wydobycia w niekonwencjonalnych złożach węglowodorów. Nafta-Gaz 2011, nr 10, str. 697÷701.
9. Polska norma PN-EN ISO 13503-2: „Przemysł naftowy i gazowniczy – Płyny i materiały do dowiercania złóż – Część 2: Pomiary właściwości materiałów podsadzkowych używanych podczas zabiegów hydraulicznego szczelinowania oraz wykonywania obsypki żwirowej (ISO 13503-2:2006)". Polski Komitet Normalizacyjny. Warszawa, 1.2010.
10. Masłowski M.: Materiały podsadzkowe do zabiegów hydraulicznego szczelinowania złóż niekonwencjonalnych. Nafta-Gaz, nr 2/2014, str. 75÷86.
11. Talib Syed, P.E., TSA: Mechanical Integrity Pre and Post Well Integrity Methods for Hydraulically Fractured/Stimulated Wells. EPA Hydraulic Fracturing Workshop, Arlington, VA 22202, 10-11.III.2011.
12. Terracina J., Turner J., Collins H., Spillars S., Momenive : Proppant Selection and Its Effect on the Results of Fracturing Treatments Performed in Shale Formation. SPE 135502.
13. Zuzak J.: Historia hydraulicznego szczelinowania w polskim przemyśle naftowym. Wiek Nafty, nr 4/2013, str. 3÷8.