

Металлургия техногенных и вторичных ресурсов

УДК 622.692.4

DOI: 10.14529/met180108

ПОЛУЧЕНИЕ РАСКЛИНИВАЮЩЕГО МАТЕРИАЛА (ПРОПАНТА) ДЛЯ НЕФТЕДОБЫВАЮЩЕЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ ИЗ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ШЛАКОВ

Г.А. Адилев, А.Д. Поволоцкий, С.В. Зырянов, В.Е. Рощин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Для повышения эффективности отдачи нефтяных скважин с применением технологии гидроразрыва пласта трещины, создаваемые в ходе гидроразрыва, заполняют расклинивающим материалом (пропантом). При этом эффективность нефтеотдачи скважин возрастает за счёт предупреждения смыкания трещин под действием горного давления. В качестве пропантов используют различные керамические материалы в виде гранул диаметром от 0,5 до 1,2 мм. Для изготовления пропантов целесообразно использовать отходы металлургического производства в виде шлаков, образующихся в различных плавильных агрегатах – доменных печах, конвертерах и сталеплавильных печах, а также при получении ферросплавов. Складирование этих шлаков требует больших территорий и сопряжено с экологическими проблемами.

В данной статье изучена возможность получения высокопрочных магнезиально-кварцевых пропантов из смеси шлаков доменного производства с добавками недефицитных природных материалов – кварцита и магнезита. Технология получения пропантов опробована в лабораторных условиях.

Шлаковую смесь расплавляли в индукционной печи с графитовым тиглем. Расплав гранулировали на специально разработанной центрифуге. Полученные гранулы испытаны по основным показателям, предусмотренным стандартом. Изучены макро- и микроструктура пропантов, водопоглощение, сопротивление раздавливанию, кислотостойкость. По всем показателям, за исключением кислотостойкости, пропанты показали вполне приемлемые свойства.

Ключевые слова: пропанты, металлургический шлак, оксидный расплав, грануляция.

Введение

Использование пропантов – гранулообразного материала, применяемого в нефтедобывающей промышленности в качестве расклинивающего элемента для повышения эффективности отдачи скважин при использовании технологии гидроразрыва пластов, непрерывно увеличивается. Применяемая в настоящее время многоступенчатая технология производства керамических пропантов предусматривает использование специального сырья, в том числе импортируемого боксита, каолина, высоких затрат энергии, сложного импортного оборудования. В связи с этим актуальным является разработка технологии производства пропантов из дешевого и доступного сырья с использованием простого и эффективного оборудования.

Цель работы – разработка состава и технологии пропантов для нефтяных скважин на

основе шлаковых отходов металлургического производства.

Процесс получения пропантов включает плавление шлака, корректировку его состава, центробежное распыление на гранулы требуемого размера, термическую обработку, сепарацию. В случае использования шлака непосредственно после металлургической печи, что более предпочтительно, перед распылением расплав сливается в миксер, куда подаются добавки. В качестве сырья можно использовать шлаки химического состава, изменяющегося в широком диапазоне, однако предпочтительным является сырье с минимальным содержанием оксидов железа и преобладанием кремнезема.

На разработанном экспериментальном оборудовании из доменных шлаков получены образцы пропантов, по основным показателям, соответствующие требованиям ГОСТ

Р 54571–2011 «Пропанты магнезиально-кварцевые».

Экспериментальная часть

В качестве исходного материала использовали складированные отвалы доменные шлаки. Состав шлака по результатам определения в 3 пробах приведён в табл. 1.

Шихта для пропантов представляла из себя смесь доменного шлака (45 % масс.), кварцита (45 %), магнезита (10 %). Предварительно на лабораторном оборудовании произвели измельчение шихтовых материалов. Полученную шихту сушили для удаления влаги. Далее в индукционной печи в графитовом тигле шихту расплавили, а расплав подвергли грануляции на специально сконструированной и изготовленной центрифуге. Полученный материал разделяли на фракции 0,2...0,63 мм, 0,63...1,0 мм, 1,0...1,6 мм, 1,6...2,5 мм и 2,5...4 мм, 12...18 мм, 8...12 мм и 5...8 мм. Далее проводили термообработку.

Полученные пропанты проверяли на соответствие стандарту по нескольким параметрам:

- 1) подвергали химическому и структурному анализу;
- 2) определяли водопоглощение и сопротивление раздавливанию;
- 3) определяли кислотостойкость.

Для проведения химического состава и структурного анализа пропанты заливали эпоксидной смолой, изготавливали микрошлифы, которые изучали на электронном микроскопе JeolJSM-7001F. Вид пропантов на шлифе и результаты определения химического состава показаны на рис. 1.

Сведения о микроструктуре пропантов разного состава представляет рис. 2. Видно, что с повышением содержания магнезии структура пропантов становится более мелкой. Размер зерен при содержании 11 % MgO около 1 мкм, а при 16 % MgO около 0,5 мкм.

Водопоглощение – это отношение массы воды, поглощенной пористым телом при его полном насыщении, к массе сухого образца. Определение проводили по методике согласно ГОСТ 2409–84 с использованием кипячения образцов в воде и последующего взвешивания. Оно показало полное отсутствие водопоглощения, что свидетельствует об отсутствии открытой пористости [1].

Сопротивление раздавливанию пропантов – это массовая доля гранул, разрушенных под воздействием заданной сжимающей нагрузки. Эта эксплуатационная характеристика зависит от нескольких факторов: структуры кристаллической решетки материала, наличия в ней дефектов, размера и распределения фаз после термической обработки. Испытания

Состав доменного шлака, % масс.

Таблица 1

	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO
1	0,6	14	13	39	1,0	32
2	0,7	4	9	45	1,3	40
3	0,6	9	12	42	1,1	35

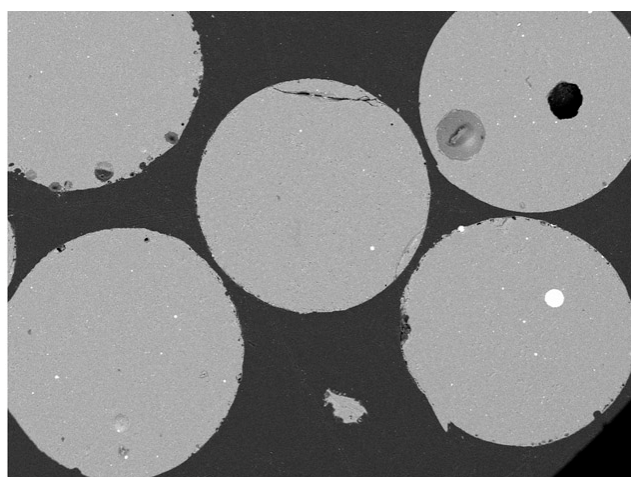


Рис. 1. Вид пропантов в разрезе на шлифе и их состав, % масс:

Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	FeO
2,1	11	11	56	1,0	18	1,1

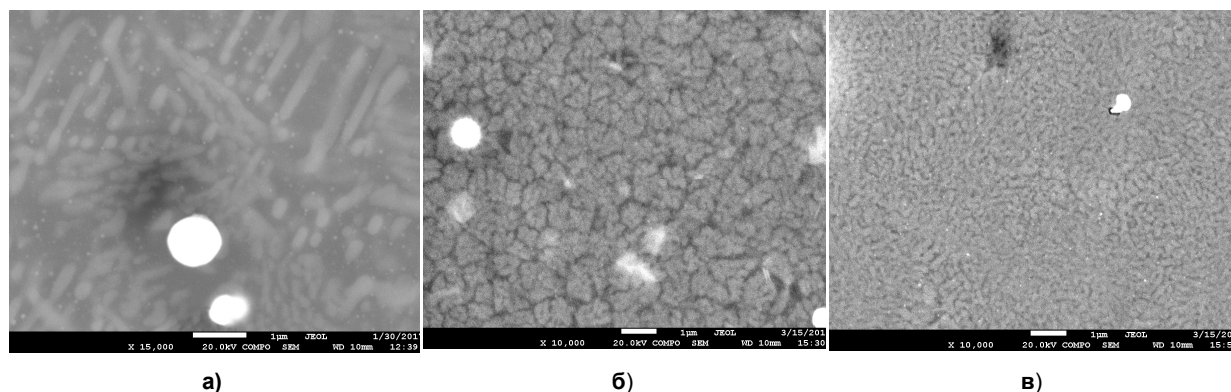


Рис. 2. Структура пропантов с разным содержанием MgO, % масс.: а – 6, б – 11, в – 16

проводили на гидравлической машине для испытаний на сжатие. Она обеспечивает постепенное и плавное увеличение усилия и оборудована системой измерения приложенного усилия с погрешностью не более 2 % [1–3].

Пробу пропантов просеивали на лабораторном вибраторе в течение 10 мин через набор сит номеров 12 и 20 для фракции 12...20; 16 и 20 (фракция 16...20); 16 и 30 (фракция 16...30); 20 и 40 (фракция 20...40); 40 и 70 (фракция 40...70). Пропанты, оставшиеся на верхнем сите и прошедшие через нижнее сито, отбрасывали, а остальные использовали для испытания. Серию испытаний проводили на восьми навесках: по две параллельные навески при удельных давлениях 51,7; 68,9; 86,1 и 103,3 Н/мм².

Просеянные пропанты взвешивали с точностью до 0,1 г и засыпали в приспособление для раздавливания, перемещая точку истечения пропантов для обеспечения максимального удельного давления, которое необходимо поддерживать в течение 2 мин. Затем приспособление снимали с испытательной машины и с помощью кисточки его содержимое переносили на набор сит. После отсева в течение

10 мин на вибраторе взвешивали раздавленные гранулы пропантов из поддона с точностью до 0,1 г и определяли долю разрушенных ровной поверхности. Для этого поверхность загруженных пропантов выравнивали поворотом пуансона на 180° без применения усилия. Затем, не встряхивая, помещали приспособление для раздавливания в машину для испытания на сжатие. Образец равномерно нагружали в течение 1 мин до заданного для гранул усилия и рассчитывали количество разрушенных гранул по формуле

$$N = (m_1 / m_2) \cdot 100 \%,$$

где m_1 – масса разрушенных гранул; m_2 – масса гранул до испытания.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений при заданном удельном давлении. Результаты показаны в табл. 2

Сферичность и округлость гранул пропантов определяли по стандартной методике. Метод основан на визуальной оценке формы гранул, увеличенных с помощью микроскопа, путем сравнения с диаграммой Крумбьена – Шлосса [4]. Для определения сферичности и округлости пропанты насыпают на лист белой

Таблица 2

Сопротивление раздавливанию пропантов

При давлении, МПа	Фракция, мм	Допустимое количество разрушенных зерен по ГОСТ 51761–2005, %	Фактическое количество разрушенных зерен, %
34,5	0,63...1,0	10	3
	1,0...1,6	15	4
51,7	0,63...1,0	15	10
	1,0...1,6	20	11
68,9	0,63...1,0	20	9
	1,0...1,6	25	19
86,1	0,63...1,0		20

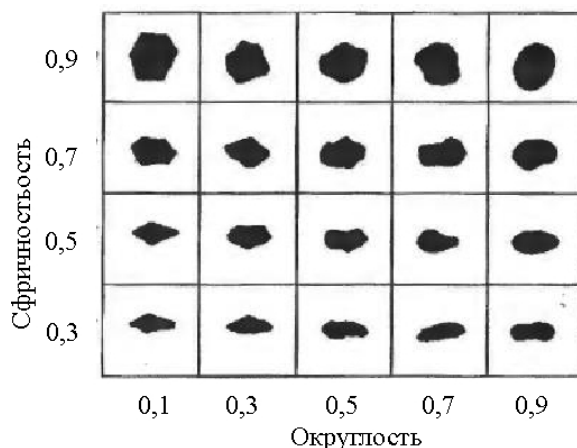
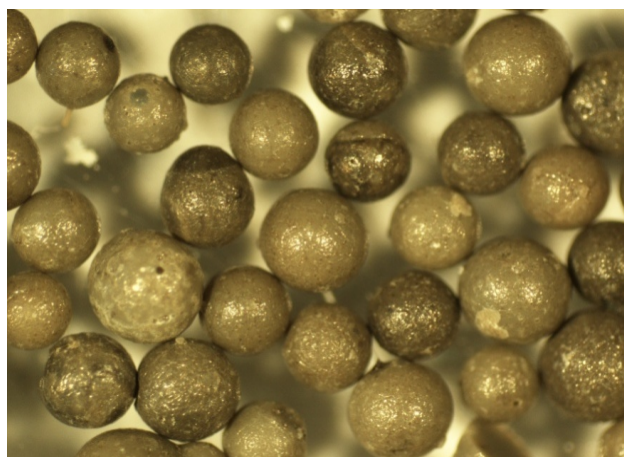


Рис. 3. Пропанты фракции 0,63...1 мм (x25) и диаграмма Крумбьена – Шлосса для визуального определения сферичности и округлости

бумаги, который помещают на предметный столик микроскопа. При соответствующем увеличении микроскопа определяют сферичность, а затем округлость каждой гранулы, сравнивая ее с диаграммой (рис. 3). За результат испытаний принимают средний арифметический результат. Согласно диаграмме Крумбьена – Шлосса коэффициент сферичности и округлости полученных пропантов составляет 0,9/0,9.

Испытания пропантов на кислотостойкость проводили в Российском государственном университете (НИУ) им. И.М. Губкина и получили следующие результаты. Исследовали пропанты фракции 1,0...1,6 мм (условно 12/18) в смеси соляной и фторной кислот в концентрации 4:1 по методике стандарта ГОСТ Р 54571–2011. Согласно ГОСТ Р 54571–2011 температура теста 65 °С (± 1 °С), навеска пропанта 5 г, объем смеси кислот – 100 мл, выдержка 30 мин. Расхождение на двух параллельных пробах должно быть не более 1 %. Растворимость полученных нами пропантов составила 14,8 и 19,4 %, что, согласно ГОСТ Р 54571–2011, выше максимально допустимого значения (не более 10 %) для магнезиально-кварцевых пропантов «Пропанты магнезиально-кварцевые. Технические условия».

Таким образом, результаты теста на кислотостойкость оказались неудовлетворительными, что, по-видимому, обусловлено относительно высоким содержанием в пропантах оксидов кальция.

Заключение

Разработаны состав и технология получения пропантов на основе металлургических шлаков. Пропанты на основе доменного шлака удовлетворяют требованиям стандарта по всем показателям за исключением химической стойкости. Поэтому они не могут использоваться в скважинах с кислотной средой. Использование полученных пропантов в скважинах с иными условиями эксплуатации требует дополнительного изучения. Для повышения кислотостойкости пропантов необходимо корректировать химический состав материала.

Литература

1. Потапова, А.П. Алюмосиликатные керамические пропанты на основе огнеупорного глиносодержащего сырья: дипломный проект / А. П. Потапова. – Томск, 2016. – 77 с.
2. Решетова, А.А. Керамические пропанты на основе природного алюмосиликатного сырья: дис. ... канд. техн. наук / А.А. Решетова. – Томск, 2009. – 188 с.
3. Долгушин, В.А. Исследование и разработка технологии ограничения водопитока в трещине гидроразрыва: дис. ... канд. техн. наук / В.А. Долгушин. – Тюмень, 2013.
4. ГОСТ Р 51761–2005. Пропанты алюмосиликатные. Технические условия. – М: Стандартинформ, 2006. – 31 с.

Адилов Галымжан Алибекович, магистрант кафедры пирометаллургических процессов, Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск; galek733@gmail.com.

Поволоцкий Александр Давидович, канд. техн. наук, директор Научно-образовательного центра «Металлургия», Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск; adp1956@mail.ru.

Зырянов Сергей Владимирович, канд. техн. наук, доцент кафедры пирометаллургических процессов, Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск; zyrianovsv@susu.ru.

Рошин Василий Ефимович, д-р техн. наук, профессор кафедры пирометаллургических процессов, Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск; roshchinve@susu.ru.

Поступила в редакцию 22 января 2018 г.

DOI: 10.14529/met180108

RECEIVING PROPPANT FROM METALLURGICAL SLAG FOR PETROLEUM INDUSTRY

G.A. Adilov, galek733@gmail.com,
A.D. Povolotsky, adp1956@mail.ru,
S.V. Zyryanov, zyrianovsv@susu.ru,
V.E. Roshchin, roshchinve@susu.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

To improve the efficiency of oil wells with the use of fracturing technology, fractures created during fracturing are filled with a proppant (proppant). In this case, the efficiency of oil recovery of wells increases due to the prevention of the closing of cracks under the influence of rock pressure. As a proppant, various ceramic materials are used in the form of granules with a diameter of 0.5 to 1.2 mm. For the production of proppants it is advisable to use waste from metallurgical production in the form of slags formed in various melting units - blast furnaces, converters and steelmaking furnaces, as well as in the production of ferroalloys. The storage of these slags requires large areas and is associated with environmental problems.

In this article, we studied the possibility of obtaining high-strength magnesian-quartz proppants from a mixture of blast furnace slags with additives of non-deficient natural materials, quartzite and magnesite. The technology of obtaining proppants is tested in laboratory conditions.

The slag mixture was melted in an induction furnace with a graphite crucible. The melt was granulated on a specially developed centrifuge. The granules obtained are tested in accordance with the main indicators specified in the standard. The macro- and microstructure of proppants, water absorption, crushing resistance, acid resistance have been studied. In all respects, with the exception of acid resistance, proppants showed quite acceptable properties.

Keywords: proppant, metallurgical slag, oxide melt, granulation.

References

1. Potapova A.P. *Alyumosilikatnye keramicheskie propanty na osnove огнеупорного глинозержашевого сыр'я: дипломный проект* [Aluminosilicate Ceramic Proppants Based on Refractory Clay-Containing Raw Materials]. Tomsk, 2016. 77 p.

2. Reshetova A.A. *Keramicheskie propanty na osnove prirodnogo alyumosilikatnogo сыр'я: dis. kand. tekhn. nauk* [Ceramic Proppants Based on Natural Aluminosilicate Raw Materials. Cand. Sci. Diss.]. Tomsk, 2009. 188 p.

3. Dolgushin V.A. *Issledovanie i razrabotka tekhnologii ogranicheniya vodopritoka v treshchine gidrorazryva: dis. kand. tekhn. nauk* [Research and Development of Technology for Limiting Water Inflow in a Fracture. Cand. Sci. Diss.]. Tyumen', 2013.

4. GOST R 51761–2005. *Propanty alyumosilikatnye. Tekhnicheskie usloviya* [Proppants are Aluminosilicate. Technical Conditions]. Moscow, Standartinform, 2006. 31 p.

Received 22 January 2018

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Получение расклинивающего материала (пропанта) для нефтедобывающей промышленности из металлургических шлаков / Г.А. Адилов, А.Д. Поволоцкий, С.В. Зырянов, В.Е. Рошин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». – 2018. – Т. 18, № 1. – С. 58–63. DOI: 10.14529/met180108

FOR CITATION

Adilov G.A., Povolotsky A.D., Zyryanov S.V., Roshchin V.E. Receiving Proppant from Metallurgical Slag for Petroleum Industry. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Metallurgy*, 2018, vol. 18, no. 1, pp. 58–63. (in Russ.) DOI: 10.14529/met180108
