

ISC 75.020

E 14

备案号

Q/SH

中国石油化工集团公司企业标准

Q/SH 0051—2007

压裂用陶粒支撑剂技术要求

2007-03-26 发布

2007-03-26 实施

中国石油化工集团公司 发布

前 言

本标准参照了SY/T 5108-2006 《压裂支撑剂性能指标及测试推荐方法》。

本标准与SY/T 5108-2006的主要差异为：

- a) 本标准未规定天然石英砂的技术要求；
- b) 本标准未采用SY/T 5108-2006中的附录；
- c) 4.3 “酸溶解度”中对支撑剂粒径规格重新划分，技术要求也相应进行了调整；
- d) 4.5 “抗破碎能力”中对粒径规格为 $850\mu\text{m}\sim 425\mu\text{m}$ 和 $600\mu\text{m}\sim 300\mu\text{m}$ 的支撑剂增加了86Mpa下的技术要求；
- e) 增加了检验规则。

本标准由中国石油化工股份有限公司科技开发部提出并归口。

本标准起草单位：中国石化采油助剂与机电产品质量监督检验中心（中国石化胜利油田分公司技术检测中心）

本标准主要起草人：张志振 杜灿敏 宫善峰 周海刚 张娜 曹金林 张晶 罗艳萍

压裂用陶粒支撑剂技术要求

1 范围

本标准规定了压裂用陶粒支撑剂的术语、要求、测试方法、检验规则和标志、包装、质量检验单、使用说明书、运输、贮存以及安全环保要求。

本标准适用于石油天然气压裂施工所用陶粒支撑剂的准入、采购、质量监督检验、入库验收和性能评价。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T6003.1 金属丝编织网标准筛

GB/T 8170 数值修约规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

压裂用陶粒支撑剂 **fracturing proppant**

用于支撑压裂裂缝的、具有一定强度的人造烧结固体颗粒物质称为压裂用陶粒支撑剂。

3.2

球度 **sphericity**

压裂支撑剂颗粒接近球形的程度。

3.3

圆度 **roundness**

压裂支撑剂颗粒棱角的锋利程度或颗粒的弯曲程度。

3.4

酸溶解度 **acid Solubility**

在规定的酸溶液及反应条件下，一定质量的支撑剂被酸溶解的质量与总支撑剂质量的百分比。

3.5

浊度 **turbidity**

在规定体积的蒸馏水中加入一定质量的支撑剂，经摇动并放置一定时间后液体的浑浊程度。

3.6

视密度 **apparent density**

单位颗粒体积的支撑剂质量。

3.7

体积密度 **bulk density**

单位堆积体积的支撑剂质量。

3.8

抗破碎能力 **crush resistance**

对一定量的支撑剂，在额定压力下进行承压测试所确定的破碎率，表征了支撑剂抗破碎能力。

4 要求

4.1 粒径

支撑剂的粒径分为11个规格，筛析实验所用的标准筛组合见表 1。落在粒径规格内的样品质量应不低于样品总质量的90 %，小于支撑剂粒径规格下限的样品质量应不超过样品总质量的2 %，大于顶筛孔径的支撑剂样品质量应不超过样品总质量的0.1 %。落在支撑剂粒径规格下限筛网上的样品质量，应不超过样品总质量的10 %。

表1 支撑剂粒径规格及试验标准筛组合

粒径规格 μm	3350/ 1700	2360/ 1180	1700/ 1000	1700/ 850	1180/ 850	1180/ 600	850/ 425	600/ 300	425/ 250	425/ 212	212/ 106
筛析实验 标准筛组合 μm	4750	3350	2360	2360	1700	1700	1180	850	600	600	300
	3350	2360	1700	1700	1180	1180	850	600	425	425	212
	2360	2000	1400	1400	1000	1000	710	500	355	355	180
	2000	1700	1180	1180	850	850	600	425	300	300	150
	1700	1400	1000	1000	710	710	500	355	250	250	125
	1400	1180	850	850	600	600	425	300	212	212	106
	1180	850	600	600	425	425	300	212	150	150	75
	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘
注：表中黑体数字为相应粒径规格的上下限。											

4.2 球度与圆度

压裂用陶粒支撑剂的球度、圆度应不低于0.8。

4.3 酸溶解度

各种粒径规格支撑剂允许的酸溶解度值见表2。

表2 支撑剂酸溶解度技术要求

支撑剂粒径规格 μm	酸溶解度的允许值
3350~1700, 2360~1180, 1700~1000, 1700~850	≤4.0 %
1180~850, 1180~600, 850~425, 600~300	≤5.0 %
425~250, 425~212, 212~106	≤7.0 %

4.4 浊度

压裂用陶粒支撑剂浊度应不高于100 NTU。

4.5 抗破碎能力

压裂用陶粒支撑剂的抗破碎能力测试应使用规定尺寸范围的破碎室见图2，应进行52 MPa、69 MPa两个模拟闭合压力条件下的测试。需对不少于两个支撑剂样品性能比对实验时，因性能比较的需要，可进行86 MPa、100 MPa两个模拟闭合压力条件下的测试。对不同密度的陶粒支撑剂破碎率的要求见表3。

表3 陶粒支撑剂抗破碎测试压力及技术要求

粒径规格 μm	体积密度 / 视密度 g/cm^3	闭合压力 MPa	破碎室受力 kN	破碎率
3350~1700 (6/12 目)	—	52	105	$\leq 25.0\%$
2360~1180 (8/16 目)	—	52	105	$\leq 25.0\%$
1700~1000 (12/18 目)	—	52	105	$\leq 25.0\%$
1700~850 (12/20 目)	—	52	105	$\leq 25.0\%$
1180~850 (16/20 目)	—	69	140	$\leq 20.0\%$
1180~600 (16/30 目)	—	69	140	$\leq 20.0\%$
850~425 (20/40 目) 600~300 (30/50 目)	$\leq 1.65 / \leq 3.00$	52	105	$\leq 9.0\%$
		69	140	$\leq 10.0\%$
	$\leq 1.80 / \leq 3.35$	52	105	$\leq 5.0\%$
		69	140	$\leq 7.0\%$
		86	174	$\leq 10.0\%$
		69	140	$\leq 5.0\%$
$> 1.80 / > 3.35$	86	174	$\leq 9.0\%$	
	86	174	$\leq 10.0\%$	
425~250 (40/60 目)	—	86	174	$\leq 10.0\%$
425~212 (40/70 目)		86	174	$\leq 10.0\%$
212~106 (70/140 目)		86	174	$\leq 10.0\%$

注：表中破碎室受力值只适用于 50.8 mm 直径的破碎室，其它直径的破碎室受力按式（7）进行计算。

5 仪器设备

仪器设备包括：

- a) 台秤：称量范围 (0.1~100) kg，感量 0.1 kg；
- b) 拍击式标准筛振筛机：筛摇动次数 290 次/分钟，锤击次数 156 次/分钟，往复行程 25 mm；
- c) 天平：感量 0.1 g；0.01 g；0.001 g；
- d) 标准筛执行 GB/T6003.1 金属丝编织网标准筛；
4750 μm 、3350 μm 、2360 μm 、2000 μm 、1700 μm 、1400 μm 、1180 μm 、1000 μm 、850 μm 、710 μm 、600 μm 、500 μm 、425 μm 、355 μm 、300 μm 、250 μm 、212 μm 、180 μm 、150 μm 、125 μm 、106 μm 、75 μm ；
- e) 实体显微镜：大于 40 倍；
- f) 恒温干燥箱：能控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ ；
- g) 恒温水浴：能控制在 $(65 \pm 1)^\circ\text{C}$ ；
- h) 聚四氟乙烯量筒：100 mL、1000 mL，玻璃烧杯：100 mL、300 mL，聚四氟乙烯烧杯：250 mL；
- i) 真空过滤设备：抽滤瓶、聚四氟乙烯漏斗、定性滤纸、真空泵；
- j) 光电浊度仪：测量范围 0 NTU~100 NTU、0 NTU~200 NTU，最小分辨率 0.01 NTU；
- k) 医用注射器：10 mL~50 mL；
- l) 铜丝刷；
- m) 压力机：最大载荷 800 kN，示值误差 $\pm 1\%$ ；

- n) 支撑剂破碎室：见图 2；
- o) 密度瓶：100 mL。

6 筛析

6.1 筛析准备

用分样器取得大于100 g的支撑剂，再用天平称出 $100\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 样品。按表1给出的支撑剂粒径规格及相应的七个标准筛加一底盘从上至下排放好。

6.2 筛析

将100 g样品倒入排放好的标准筛顶筛，再将这一系列标准筛放置振筛机上，振筛10 min后，依次称出每个筛子及底盘上的支撑剂质量，并计算出各粒径范围的质量百分比。如果累计量与试样相差0.5%，应更换样品并重新测试。

7 球度与圆度测试方法

7.1 球度的测试

用压裂支撑剂球度、圆度图版进行支撑剂球度的测试，见图1。在被测试的压裂支撑剂样品中任意取出20粒~30粒支撑剂，放在实体显微镜下观察，或拍下显微照片，根据图版确定每粒支撑剂的球度，计算出这批压裂支撑剂样品的平均球度。

7.2 圆度的测试

按7.1规定的方法测试支撑剂样品的圆度。

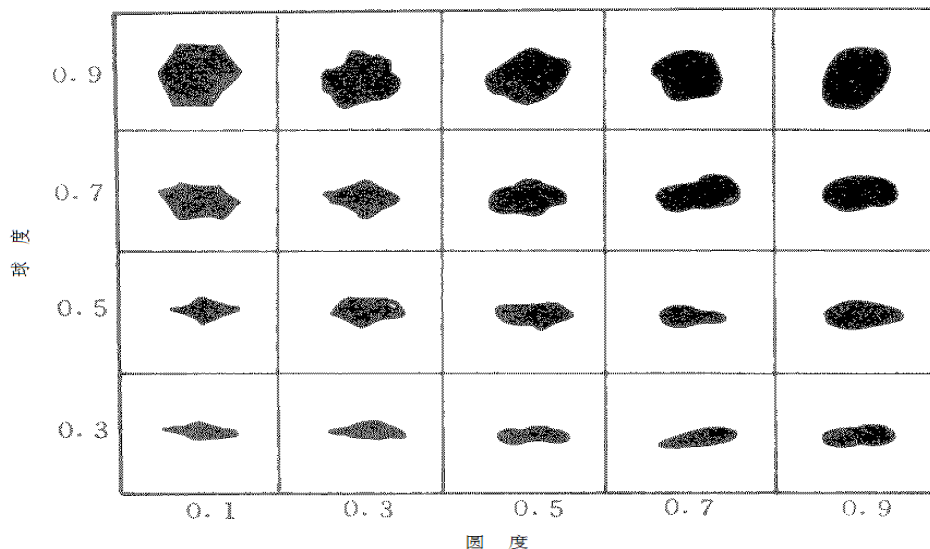


图 1 支撑剂球度、圆度图版

7.3 确定支撑剂球度、圆度的放大倍数

测试压裂支撑剂球度、圆度所使用的实体显微镜的放大倍数见表4。

表4 支撑剂的球度、圆度放大倍数

粒径规格 μm	实体显微镜放大倍数 倍
3350~1700, 2360~1180, 1700~1000, 1700~850, 1180~850, 1180~600, 850~425, 600~300	≥30
425~250, 425~212, 212~106	≥40

8 酸溶解度测试方法

8.1 酸液的配制

8.1.1 试剂及药品:

- a) 质量分数为36 %~38 %的分析纯盐酸;
- b) 质量分数为40 %的分析纯氢氟酸。

8.1.2 按盐酸与氢氟酸质量比为 12:3 配制盐酸氢氟酸混合溶液。

8.2 实验方法

8.2.1 准备支撑剂样品, 将适量的支撑剂样品在 105 °C 下烘干 1 h, 然后放在干燥器内冷却 0.5 h, 称量。

8.2.2 称取上述经过处理的支撑剂样品 5 g±0.1 g。

8.2.3 在 250 mL 聚四氟乙烯烧杯内加入 106.6 g (20 °C 温度下, 体积为 100 mL) 配制好的盐酸氢氟酸混合溶液, 再将已称好的 5 g 样品倒入烧杯内。

8.2.4 将盛有酸溶液和支撑剂样品的烧杯放在 65 °C 的水浴内恒温 0.5 h。注意不要搅动, 不要使其受污染。

8.2.5 准备过滤设备: 将定性滤纸放入聚四氟乙烯漏斗, 在 105 °C 条件下烘干 1 h, 然后放在干燥器内冷却 0.5 h, 称量并记录其质量。而后放在真空过滤设备上待用。

8.2.6 将支撑剂样品及酸液倒入聚四氟乙烯漏斗, 要确保将烧杯内所有支撑剂颗粒都倒入漏斗, 然后进行真空抽滤。

8.2.7 抽滤过程中用蒸馏水将支撑剂样品分别冲洗 5 次~6 次, 每次用 20 mL 的蒸馏水, 直至冲洗液显示中性为止。

8.2.8 将聚四氟乙烯漏斗及其内的支撑剂样品一起放入烘箱, 在 105 °C 条件下烘干 1 h, 然后放入干燥器内冷却 0.5 h。

8.2.9 立即将冷却的聚四氟乙烯漏斗及支撑剂样品一起称量并记录其质量。

8.2.10 按式 (2) 计算支撑剂样品的酸溶解度:

$$S = \frac{m_s + m_{fp} - m_{fs}}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

S —— 支撑剂的酸溶解度, %;

m_s —— 支撑剂样品质量, g;

m_{fp} —— 聚四氟乙烯漏斗及滤纸质量, g;

m_{fs} —— 聚四氟乙烯漏斗、滤纸及酸后样品总质量, g。

8.2.11 每个样品做三个平行样，取算术平均值为测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 0.5 %，测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 进行。

9 浊度测试

9.1 样品制备

9.1.1 在 250 mL 广口瓶内放入压裂用陶粒支撑剂 40.0 g。

9.1.2 在上述广口瓶内倒入 100 mL 蒸馏水，静止 30 min。

9.1.3 用手摇动 0.5 min，45 次(不能搅动)，放置 5 min。

9.2 浊度测试

9.2.1 调试浊度仪：接好电源，预热 30 min，用标准浊度板调试仪器至规定值，再用蒸馏水校正零位。

9.2.2 将制备好的样品用医用注射器按仪器量要求注入比色皿中，放入仪器进行测量，直接从仪器显示屏上读取浊度。

9.2.3 每个样品做三个平行样，取算术平均值为测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 5 NTU，测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 进行。

10 密度测试

测试温度为 25 °C ± 5 °C。

10.1 体积密度测试

10.1.1 准备三份适量的支撑剂样品。

10.1.2 使用感量为 0.001 g 的天平称出 100 mL 密度瓶的质量。

10.1.3 将样品装入密度瓶内至 100 mL 刻度处，不要摇动密度瓶或震实，称出装有支撑剂的密度瓶的质量，精确到 0.001 g。

10.1.4 按式 (3) 计算支撑剂体积密度：

$$\rho_a = \frac{m_{gp} - m_g}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_a —— 支撑剂体积密度，g/cm³；

m_{gp} —— 密度瓶与支撑剂的质量，g；

m_g —— 密度瓶的质量，g；

V —— 密度瓶标定体积，cm³。

10.1.5 每个样品做三个平行样，取算术平均值为测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 0.05 g/cm³，测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 进行。

10.2 视密度测试

10.2.1 称密度瓶质量为 m_1 。

10.2.2 瓶内加满水称量为 m_2 。

10.2.3 倒出瓶内的水烘干密度瓶。

10.2.4 瓶内加适量支撑剂样品称量为 m_3 。

10.2.5 将带有支撑剂样品的瓶内装满水，排除气泡，继续装满水，称量为 m_4 。

10.2.6 按式 (4) 计算支撑剂视密度：

$$\rho_b = \frac{m_3 - m_1}{\frac{m_2 - m_1}{\rho_w} - \frac{m_4 - m_3}{\rho_w}}$$

$$= \frac{(m_3 - m_1) \times \rho_w}{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ρ_b —— 支撑剂视密度, g/cm³;
- m_1 —— 密度瓶的质量, g;
- m_2 —— 密度瓶加满水后的质量, g;
- m_3 —— 密度瓶加支撑剂后的质量, g;
- m_4 —— 密度瓶加支撑剂后再加满水的总质量, g;
- ρ_w —— 水的密度, 需温度校正。

10.2.7 每个样品做三个平行样, 取算术平均值为测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 0.05 g/cm³, 测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 进行。

11 压裂用陶粒抗破碎测试

11.1 称取所需的陶粒支撑剂样品 200 g。

11.2 分两次倒入每种支撑剂粒径所对应的两个标准筛的顶筛中(见表 1, 黑体字所对应的筛子), 每次振筛 10 min, 筛选所需的支撑剂样品。

11.3 按式(5)计算陶粒支撑剂抗破碎实验所需样品质量:

$$m_{p2} = C_2 \rho_a d^2 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m_{p2} —— 支撑剂样品质量, g;
- C_2 —— 计算系数, $C_2 = 0.958$ cm;
- ρ_a —— 支撑剂体积密度, g/cm³;
- d —— 支撑剂破碎室的直径, cm。

11.4 使用感量为 0.01 g 的天平称取所需的样品。

11.5 将样品倒入破碎室, 见图 2, 然后放入破碎室的活塞, 旋转 180°。将装有样品的破碎室放在压力机台面。用 1 min 的恒定加载时间将额定载荷匀速加到受压破碎室上, 稳载 2 min 后卸掉载荷。

11.6 一套完整的陶粒支撑剂抗破碎能力测试总共需要四个样品, 其中每两个样品承受的闭合压力分别为 52 MPa 和 69 MPa。如需要, 可增加样品数量, 闭合压力级别增加到 86 MPa, 100 MPa。相应粒径规格、允许最大的破碎率与规定闭合压力见表 3。

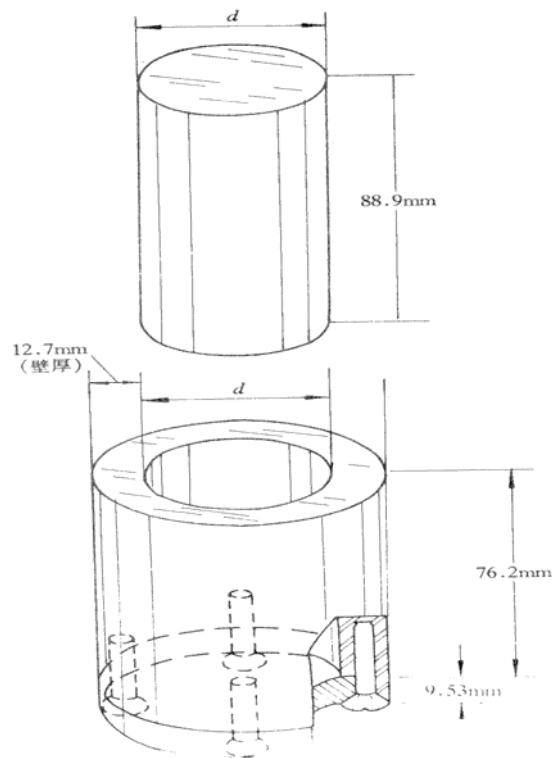


图 2 支撑剂破碎室

11.7 将压后的支撑剂样品倒入粒径规范下限的筛子中(表 1 黑体字提示的下限)振筛 10 min, 称取底盘中的破碎颗粒, 按式(6)计算支撑剂破碎率百分比:

$$\eta = \frac{m_c}{m_p} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- η —— 支撑剂破碎率, %;
- m_c —— 破碎样品的质量, g;
- m_p —— 支撑剂样品的质量, g。

11.8 如破碎室直径与本标准给出的破碎室直径不符, 按式(7)计算相应的破碎室受力 F :

$$F = 0.0785 \times P d^2 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- F —— 破碎室受力, kN;
- P —— 额定闭合压力, MPa;
- d —— 破碎室直径, cm。

11.9 每个样品做三个平行样, 取算术平均值为测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 1 %, 测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 进行。

12 检验规则

12.1 抽样方法

12.1.1 支撑剂按批检验, 每供货一次的产品为一批。

12.1.2 在支撑剂生产线、成品库、使用现场等处取样时, 应保证使用取样器在支撑剂自由下落过程中获得所需要的样品。

12.1.3 铁路运输的支撑剂, 每个车厢至少取九个样品; 卡车运输的支撑剂, 每车至少取三个样品; 施

工现场的支撑剂，每次压裂施工至少取五个样品。将按规定次数取得的样品，混合成一个样品用于支撑剂检测。

12.1.4 不同包装支撑剂的抽样方法按以下要求执行：

a) 散装支撑剂按12.1.2的要求，在装卸、混砂等支撑剂自由下落过程中，使用取样器以均匀的速率，开口向上往复通过砂流，直至取样器被充满，最终得到3 kg的样品；

b) 袋装支撑剂（25 kg/袋）立方体堆积，每100 t的取样点应不少于15个。从各取样袋的上、中、下取相同数量的样品，总样品质量应不少于25 kg，使用分样器逐次分离，最终得到3 kg的样品；

c) 吨袋包装支撑剂抽样，每10袋开袋数不少于两袋，从取样袋上、中、下三个截面的中心点取相同数量的样品，总样品质量应不少于25 kg，使用分样器逐次分离，最终得到3 kg的样品。

12.1.5 将抽到的样品充分混合后，等量分装于两个清洁、干燥的塑料袋中，密封并贴上标签。标签上应注明样品名称、生产单位、样品型号、抽样日期、抽样地点和抽样人。一瓶作质量检验，另一瓶作为留样，留样期为三个月。

12.2 样品处理

支撑剂检测实验应使用分样器，将按 12.1.4a)、12.1.4b) 或 12.1.4c) 获取的3kg样品进行分样，以获得各项性能测试所需样品。

12.3 检验结果判定

产品检测结果中若有一项指标不符合本标准要求时，应重新加倍在包装单元中采取有代表性的样品进行复检。复检结果中仍有一项指标不符合本标准要求，则判该批产品质量不合格。

12.4 仲裁

当供需双方对产品质量检测结果有争议时，由双方共同选定仲裁机构，可依本标准进行仲裁检测。

13 标志、包装、质量检验单、使用说明书、运输、贮存

13.1 标志

外包装应有牢固清晰的标志，标明产品名称、规格型号、净含量、批号、生产日期、保质期、执行标准编号、生产企业名称和地址。

13.2 包装

支撑剂的包装袋应具有足够的强度，最少应有两层。外层为聚丙烯编织袋，内层用高强度聚乙烯薄膜袋。每袋净含量误差不大于1%。但在每批产品中任意抽检50袋，其净含量平均值不应少于其标示的净含量。

13.3 质量检验单

交付的每批产品应附有产品质量检验单，其内容应符合4.1~4.5的要求。

13.4 使用说明书

13.4.1 每批产品均应附有使用说明书。

13.4.2 使用说明书应包括以下内容：

- 产品名称及生产企业名称；
- 产品所执行的标准编号和生产许可证号；
- 主要用途及适用范围；
- 使用环境条件；
- 涉及安全环保的有关注意事项、防护措施和紧急处理办法等内容；
- 贮存条件，贮存、运输及使用中注意事项；
- 产品有效期。

13.5 运输

装卸运输过程中，应小心轻放，严禁撞击，以免破损。

13.6 贮存

贮存时应放于阴凉通风处，不得与酸、碱等化学物品接触。

14 安全环保要求

操作时应注意包装袋是否有破损，及时清理遗落在现场的支撑剂颗粒，防止滑倒。
