УДК 553.98

Жанмолдина А.К.
лаборатория исследования пластового флюида
Атырауский филиал
ТОО «КМГ Инжиниринг»
(г. Атырау, Казахстан)

Тусекенов Е.Е.
лаборатория исследования пластового флюида
Атырауский филиал
ТОО «КМГ Инжиниринг»
(г. Атырау, Казахстан)

Ыхласов Н.К.
лаборатория исследования пластового флюида
Атырауский филиал
ТОО «КМГ Инжиниринг»
(г. Атырау, Казахстан)

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ЗАГРЯЗНЕНИЯ ГАЗОВОГО КОНДЕНСАТА ФИЛЬТРАТОМ БУРОВОГО РАСТВОРА НА НЕФТЯНОЙ ОСНОВЕ

***Аннотация**: в работе исследовано выявление и количественная оценка загрязнения методом газохроматографического трендового анализа. Базовой пробой служил конденсат, выделенный при однократном разгазировании пластового флюида. Фильтрат бурового раствора на нефтяной основе получен на фильтр-прессе. Из чистого конденсата и фильтрата были приготовлены смеси с содержанием фильтрата 5%, 10% и 20% мас. Все образцы исследованы методом газовой хроматографии.*

Ключевые слова: *пластовый флюид, конденсат, загрязнение, нефтяной буровой раствор, фильтрат бурового раствора, газовая хроматография, трендовый анализ, имитированная дистилляция, однократное разгазирование.*

ВВЕДЕНИЕ

Загрязнение проб пластового флюида фильтратом бурового раствора на нефтяной основе является одной из наиболее распространённых и серьёзных проблем при отборе и лабораторном исследовании образцов. Оно способно изменять компонентный состав исследуемой пробы и, вследствие этого, влиять на результаты последующих PVT-исследований. Фильтрат является одним из наиболее распространённых источников загрязнения проб пластовых флюидов, отбираемых при помощи глубинных пробоотборников. Из-за полной или частичной смешиваемости с углеводородной фазой фильтрат искажает компонентный состав пробы, что приводит к ошибкам при определении давления насыщения, газового фактора, плотности, вязкости и других PVT-свойств [5, 6]. Наиболее чувствительными к загрязнению являются газоконденсатные и летучие нефтяные системы. Традиционные методы оценки степени загрязнения (skimming, subtraction) имеют ограничения, особенно при низких уровнях контаминации и при работе с конденсатами. Газохроматографический трендовый анализ (имитированная дистилляция) позволяет получить полный углеводородный профиль и выявить характерные изменения распределения компонентов.

Целью настоящей работы являлась экспериментальная оценка изменения углеводородного профиля разгазированного конденсата при контролируемом загрязнении фильтратом бурового раствора на нефтяной основе (5, 10 и 20% мас.) и определение наиболее чувствительного диагностического интервала компонентов для исследованной системы.

Материалы и методы.

Исходной пробой служил конденсат, выделенный при однократном разгазировании пластового флюида до стандартных условий (20 °C, 0,101325 МПа). Однократное разгазирование проводили в ячейке PVT при поддержании пластовых условий с последующим приведением объёма газа к стандартным условиям.

Фильтрат бурового раствора получали методом фильтрации при низкой температуре и низком давлении на фильтр-прессе LPLT (API) компании Fann, модель 207174, в соответствии с процедурой раздела 7.2 СТ РК ISO 10414-1-2012. Рабочая площадь фильтрационной ячейки составляла 45,8 ± 0,6 $см^2$. Фильтрацию проводили при давлении 690 ± 35 кПа (100 ± 5 psi) в течение 30 мин. Объём полученного фильтрата составил 9 мл. Из чистого конденсата и фильтрата готовили лабораторные смеси с массовым содержанием фильтрата 5, 10 и 20% мас. Перед анализом все пробы тщательно гомогенизировали.

Газохроматографический анализ.

Измерения были проводены методом имитированной дистилляции в соответствии с МВИ 2 № 01-2025 «Определение распределения нефтяных фракций по интервалу температуры кипения методом газовой хроматографии» (процедура, основанная на принципах ASTM D2887 и ГОСТ Р 54291-2010) - стандартный метод определения распределения по температурам кипения нефтяных фракций методом газовой хроматографии (симулированная дистилляция, SimDis).

Метод позволяет определить кривую кипения (от IBP до FBP) нефтепродуктов и фракций с конечной температурой кипения не выше 538 °C. Принцип основан на разделении углеводородов на неполярной колонке в порядке возрастания температур кипения при программированном нагреве. Времена удерживания пересчитываются в температуры кипения по калибровочной кривой, построенной по смеси н-парафинов. Применяется для контроля сырья и продуктов нефтепереработки, заменяя классическую дистилляцию.

Анализ был проведен на газовом хроматографе Хроматэк-Кристалл 5000.2 с пламенно-ионизационным детектором (ПИД), капиллярной колонкой. Ввод пробы осуществляли через программируемый испаритель 7.3 с применением автоматического дозатора ДАЖ-2М (или ДАЖ-2М 3D).

Градуировка системы выполнена по смеси нормальных парафинов C_1-C_{40}. Условия анализа обеспечивали регистрацию компонента C_{40} до достижения максимальной температуры термостата колонки. Для каждой пробы формировали распределение по углеродному числу и рассчитывали групповые показатели C_5-C_{11}, C_{12}, C_{13}-C_{16}, C_{17}-C_{20}, C_{21+} и C_{12+} (Таблица 2).

Обработка результатов была выполнена единообразно для всех образцов. Диагностический интервал выбирали по трём признакам: наличию выраженного максимума в профиле чистого фильтрата, направленному изменению групповой доли при увеличении содержания фильтрата и достаточному отличию от фонового профиля чистого конденсата. Дополнительно рассматривали отношение суммы C_{13}-C_{16} к сумме C_{21+} как показатель контраста между областью максимума фильтрата и более тяжёлой частью конденсата. Этот показатель использован только для сравнительного анализа внутри данной серии и не рассматривается как универсальная калибровочная зависимость.

При интерпретации учитывали, что все массовые доли являются взаимозависимыми нормированными величинами: увеличение одной группы неизбежно изменяет долю других групп. Поэтому вывод о загрязнении основывали не на одном суммарном показателе, а на форме профиля, совпадении области максимума с чистым фильтратом и согласованном изменении нескольких групп компонентов.

Результаты исследований.

Анализ полученных профилей показал, что фильтрат бурового раствора характеризуется выраженным максимумом в области C_{13}-C_{15}(суммарное содержание C_{13}-C_{16}= 45,37%) (Рис.2). При добавлении фильтрата к конденсату наблюдается последовательный рост доли компонентов C_{13}-C_{16}: с 18,56% в чистом конденсате до 19,11%, 20,98% и 22,98% при 5, 10 и 20% загрязнения соответственно.

Полученные результаты согласуются с известными данными о составе базовых масел, применяемых в буровых растворах (преобладание среднекипящих парафиновых фракций) [5, 6]. Диапазон C_{13}-C_{16} в данном случае выступает более чувствительным индикатором. Вместе с тем следует подчеркнуть, что выявленная зависимость справедлива только для исследованной пары «конденсат – конкретный фильтрат». Состав базовых масел различных производителей может существенно различаться, поэтому перед практическим применением индикатора необходим предварительный анализ фильтрата используемого бурового раствора.

Таблица 1. Результаты газохроматографического исследования чистого конденсата, модельных смесей и фильтрата, масс. %.

Компонент	Конденсат	5% фильтрат	10% фильтрат	20% фильтрат	Фильтрат
Пропан (C_3)	0,25480	0,00004	0,00003	0,00242	0,00002
Бутаны (C_4)	0,52957	0,77816	0,60902	0,77367	0,00040
Пентаны (C_5)	1,47011	2,27335	2,06049	2,14131	0,00169
Гексаны (C_6)	2,71596	3,68481	3,67326	3,36483	0,00668
Гептаны (C_7)	5,11310	5,57906	5,83840	5,03427	0,05437

Компонент	Конденсат	5% фильтрат	10% фильтрат	20% фильтрат	Фильтрат
Октаны (C_8)	7,79765	7,56694	8,11372	6,79536	0,52736
Нонаны (C_9)	7,71003	7,13280	7,70840	6,52670	1,92843
Деканы (C_{10})	7,57983	6,96982	7,42527	6,68277	4,13594
Ундеканы (C_{11})	6,36544	6,13638	6,46050	6,27590	6,70545
Додеканы (C_{12})	5,60972	5,64986	5,82560	6,07878	9,53871
Тридеканы (C_{13})	5,56135	5,58556	6,26192	6,68798	11,92071
Тетрадеканы (C_{14})	4,78552	5,00738	5,50031	6,06476	12,37050
Пентадеканы (C_{15})	4,39207	4,57211	5,03328	5,58589	11,20597
Гексадеканы (C_{16})	3,82564	3,94073	4,18198	4,63949	9,87031
Гептадеканы (C_{17})	3,36759	3,42972	3,60032	3,98405	6,08242
Октадеканы (C_{18})	3,20763	3,23109	3,35687	3,74572	6,49101
Нонадеканы (C_{19})	3,11610	3,12065	3,14227	3,49319	5,32286
Эйкозаны (C_{20})	2,72172	2,67683	2,57143	2,82739	3,97248
Генейкозаны (C_{21})	2,47105	2,37023	2,20918	2,52229	3,20090
Докозаны (C_{22})	2,27955	2,15636	1,90854	2,17477	2,28908
Трикозаны (C_{23})	2,01824	1,92210	1,56343	1,87404	1,61989
Тетракозаны (C_{24})	1,66937	1,58102	1,40165	0,91411	0,94379
Пентакозаны (C_{25})	1,69601	1,43128	1,15556	0,59895	0,53490

Компонент	Конденсат	5% фильтрат	10% фильтрат	20% фильтрат	Фильтрат
Гексакозаны (C_{26})	1,38784	0,77414	0,93317	2,43422	0,25739
Гептакозаны (C_{27})	1,34527	1,84453	1,39264	1,06585	0,15322
Октакозаны (C_{28})	1,27303	1,16081	0,92170	0,99128	0,09518
Нонакозаны (C_{29})	1,17880	1,04419	0,79158	0,90369	0,06311
Триаконтаны (C_{30})	1,09697	1,03817	0,81400	0,78706	0,07625
Гентриоконтаны(C_{31})	0,93703	0,85925	0,72287	0,78828	0,06755
Дотриоконтаны(C_{32})	0,85501	0,80728	0,64242	0,65216	0,06206
Тритриаконтаны(C_{33})	0,79546	0,80095	0,59995	0,60470	0,04708
Тетратриаконтаны(C_{34})	0,70259	0,73266	0,58998	0,57467	0,05479
Пентатриаконтаны(C_{35})	0,61283	0,69950	0,53973	0,55499	0,03440
Гексатриаконтаны(C_{36})	0,77170	0,42029	0,35075	0,46165	0,03729
Октатриаконтаны(C_{37})	0,49503	0,60903	0,50765	0,40395	0,00442
Нонатриаконтаны(C_{38})	0,57464	0,63486	0,52910	0,06648	0,00000
Нонатриаконтаны(C_{39})	0,50846	0,55482	0,45606	0,36797	0,00000
Тетраконтаны(C_{40})	0,43311	0,48114	0,39460	0,29417	0,00000
Остаток (C_{41+})	0,77418	0,74210	0,21237	0,26024	0,32339

Таблица 2. Групповой состав ключевых фракции, (масс. %).

Группа	Конденсат	5% фильтрат	10% фильтрат	20% фильтрат	Фильтрат
C_5-C_{11}	38,75	39,34	41,28	36,82	13,36
C_{12}	5,61	5,65	5,83	6,08	9,54
C_{13}-C_{16}	**18,56**	**19,11**	**20,98**	**22,98**	**45,37**
C_{17}-C_{20}	12,41	12,46	12,67	14,05	22,07
C_{21+}	24,66	23,44	19,25	20,07	9,66
C_{12+}	**61,25**	**59,16**	**57,66**	**62,14**	**86,32**

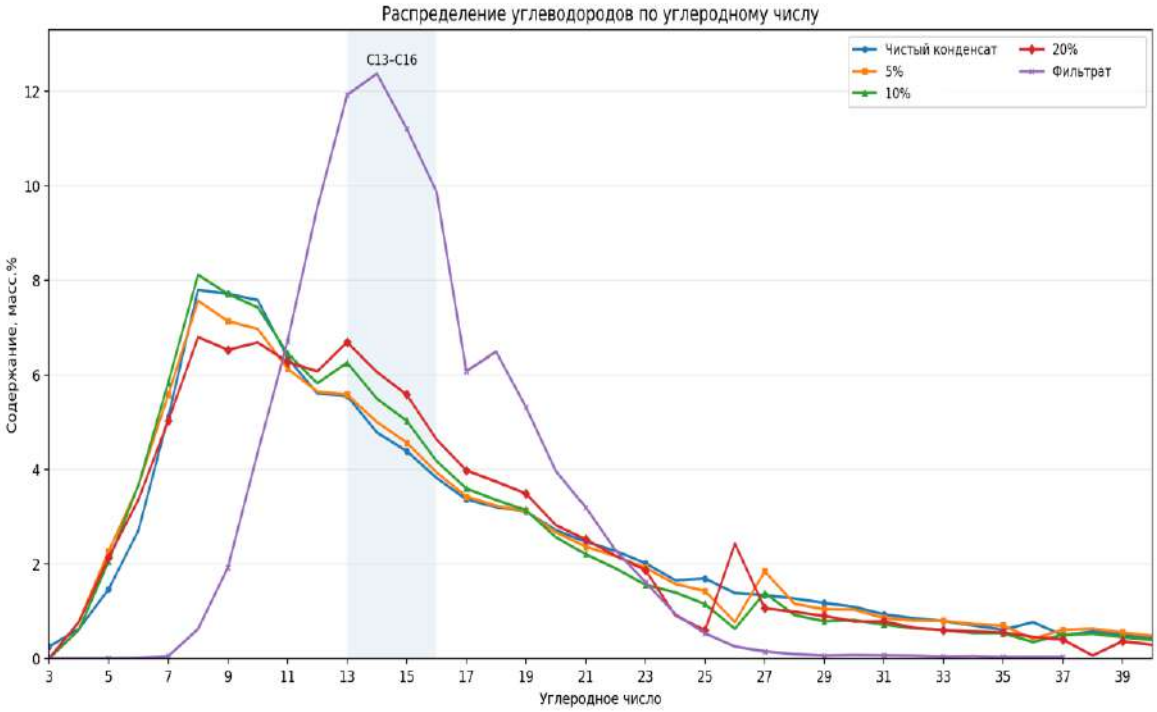


Рис.1. Распределение углеводородов по углеродному числу для чистого конденсата и загрязнённых проб.

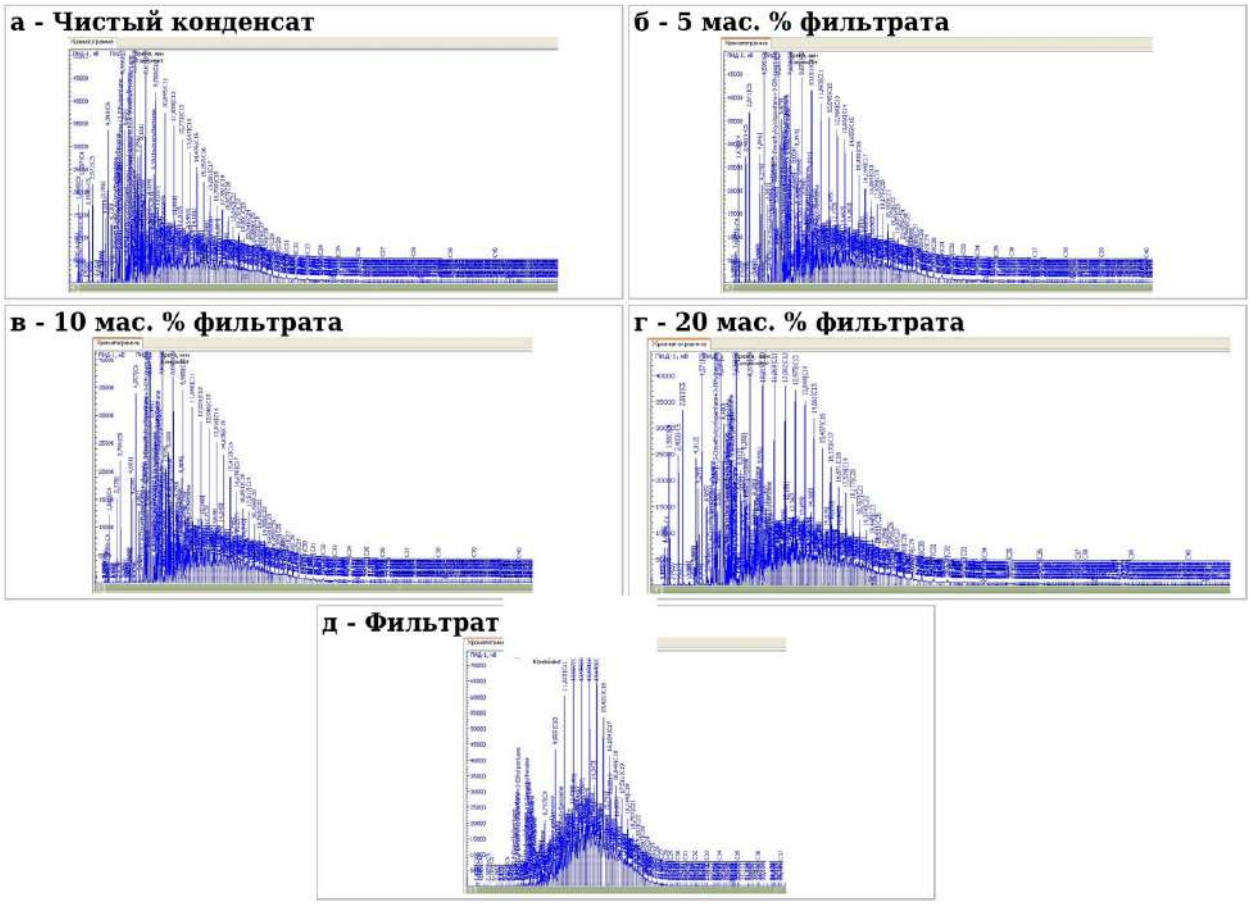


Рисунок 2. Хроматограммы чистого газового конденсата, модельных смесей и фильтрата: а – чистый конденсат, б,в,г - смеси с 5, 10 и 20 мас. % фильтрата соответственно, д - чистый фильтрат бурового раствора.

На рисунке 1 представлено наложение распределений углеводородов для чистого конденсата и искусственно загрязнённых проб. Наложение кривых показывает увеличение доли компонентов диапазона C_{12}-C_{20} и одновременное снижение содержания лёгких углеводородов C_5-C_{10}. Такая деформация распределения служит диагностическим признаком загрязнения пластового флюида компонентами бурового раствора.

Наиболее обоснованным признаком загрязнения является не один суммарный параметр, а сочетание формы хроматографического профиля, роста C_{13}-C_{16} и снижения относительного вклада C_{21+}. Отношение C_{13}-C_{16} / C_{21+} показало последовательный рост, но требует метрологической и межобъектной валидации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Цель исследования достигнута: установлено, что добавление фильтрата изменяет углеводородный профиль стабильного конденсата преимущественно в области средних фракций. Для исследованного фильтрата характерен максимум C_{13}-C_{15}, а суммарная доля C_{13}-C_{16} последовательно возрастала с 18,56 мас.% в чистом конденсате до 19,11, 20,98 и 22,98 мас.% в смесях с 5, 10 и 20 мас.% фильтрата соответственно. Таким образом, для данной системы диапазон C_{13}-C_{16} является наиболее чувствительным диагностическим интервалом.

Предложенный подход может применяться для предварительного скрининга качества жидкой фазы до проведения полного комплекса PVT-исследований. Он не заменяет оценку представительности пластовой пробы, проверку материального баланса и прямые PVT-измерения. Для применения критерия на других объектах необходимо предварительно анализировать фактически используемый фильтрат и готовить контрольные смеси на соответствующем конденсате.

Полученные результаты согласуются с выводами Gozalpour и соавторов, Austad и Isom о зависимости диагностического диапазона от состава базового масла. Практическая значимость работы заключается в адаптации анализа углеводородного профилья для оперативного выявления загрязнения конденсата фильтратом бурового раствора на нефтяной основе в условиях лаборатории нефтегазовой отрасли.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. ГОСТ Р 54291-2010. Нефть сырая. Газохроматографический метод определения распределения компонентов по диапазону температур кипения. М.: Стандартинформ, 2011. 24 с.
2. ASTM D2887-19a. Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2019
3. МВИ 2 № 01-2025. Методика выполнения измерений. Определение распределения нефтяных фракций по интервалу температур кипения методом газовой хроматографии. 2025 г
4. МВИ 2 № 02-2017. Методика выполнения измерений. Методы исследования пластовых флюидов и сепарированных нефтей
5. Gozalpour F., Danesh A., Todd A.C. Effect of OBM Contamination on PVT Properties of Reservoir Fluids // SPE Reservoir Evaluation & Engineering. 2004. Vol. 7. No. 6. P. 419-426
6. Austad T., Isom T.P. Compositional and PVT properties of reservoir fluids contaminated by drilling fluid filtrate // Journal of Petroleum Science and Engineering. 2001
7. СТ РК ISO 10414-1-2012. Промышленность нефтяная и газовая. Полевые испытания буровых растворов

Zhanmoldina A.K.
Reservoir Fluid Research Laboratory
Atyrau Branch
KMG Engineering LLP
(Atyrau, Kazakhstan)

Tussekenov E.E.
Reservoir Fluid Research Laboratory
Atyrau Branch
KMG Engineering LLP
(Atyrau, Kazakhstan)

Ykhlasov N.K.
Reservoir Fluid Research Laboratory
Atyrau Branch
KMG Engineering LLP
(Atyrau, Kazakhstan)

GAS CHROMATOGRAPHIC ASSESSMENT OF GAS CONDENSATE CONTAMINATION WITH OIL-BASED DRILLING MUD FILTRATE

Abstract: *the study examines detection and quantitative assessment of contamination via gas chromatographic trend analysis. Condensate isolated during single-stage degassing of reservoir fluid was used as baseline sample. Oil-based drilling mud filtrate was obtained using a filter press. Mixtures containing 5 wt%, 10 wt%, and 20 wt% filtrate were prepared from pure condensate and filtrate. All samples were analyzed by gas chromatography.*

Keywords: *reservoir fluid, condensate, contamination, oil based drilling mud, drilling mud filtrate, gas chromatography, trend analysis, simulated distillation, single stage degassing.*