

Экспериментальные исследования гидродинамических эффектов при течении обратных водоуглеводородных эмульсий в микроканалах¹

Рахимов А.А., Ахметов А.Т.

Институт механики им. Р.Р. Мавлютова УНЦ РАН, Уфа

В работе представлены результаты гидродинамических и реологических исследований обратных водоуглеводородных эмульсий. Успех применения инвертных эмульсий в нефтяной промышленности обусловлен, наряду с высокой вязкостью эмульсии, значительно превышающей вязкость несущей фазы, эффектом динамического запираания, состоящим в том, что скорость течения эмульсий в капиллярных структурах и трещинах со временем падает на 3–4 порядка, несмотря на постоянно действующий перепад давления. Проведенные исследования показывают увеличение вязкости с ростом концентрации или дисперсности эмульсий. Увеличение дисперсности обратных эмульсий приводит к сокращению времени до наступления эффекта динамического запираания. Использование микрожидкостных устройств, изготовленных методом мягкой фотолитографии, при высокоскоростной съёмке (10000 кадров/с) позволило увидеть деформацию микрокапель воды в обратной эмульсии, приготовленной из простых химических соединений, при появлении динамического запираания.

Ключевые слова: водоуглеводородная эмульсия, реология, эффект динамического запираания, микрожидкостное устройство, микроканал

1. Введение

Многие технологические и природные процессы связаны с движением дисперсных систем, в частности, к ним относится течение нефти и эмульсий в пористой среде. В настоящее время эмульсии широко используются в потокоотклоняющих технологиях, в буровых растворах; большую роль играют их хорошие смазочные свойства, реологические особенности и возможность регулирования плотности. При их использовании полагают, что достаточно высокая вязкость эмульсии, значительно превышающая вязкость несущей фазы, не дает ей глубоко проникнуть в призабойную зону в процессе бурения. Однако, на практике, эти кольматирующие свойства эмульсии, позволяющие её использовать для щадящего глушения скважин блокирующей пачкой, существуют благодаря новому свой-

ству эмульсии — эффекту динамического запираания. Данный эффект состоит в том, что скорость течения эмульсий в капиллярных структурах и трещинах со временем падает на 3–4 порядка, несмотря на постоянно действующий перепад давления. Механизм проявления данного эффекта до конца не изучен и вызывает множество вопросов. Проведенные реологические и гидродинамические эксперименты позволят понять условия возникновения состояния динамического запираания и улучшить применение эмульсий на практике.

2. Предполагаемый физический механизм запираания

Повышение эффективной вязкости эмульсии со временем при неизменных условиях деформирования (реопектические свойства дисперсной системы) приводит к уменьшению расхода жидкости. Однако, при течении в ячейке Хили-Шоу эффект динамического запираания наблюдается и для водо-нефтяных эмульсий, обладающих свойствами тиксотропии, то есть эмульсий, чья эффективная вяз-

¹Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 16-31-00294-мол_а).

кость уменьшается со временем [1, 2]. В то же время эффект динамического запираания наблюдается и для эмульсий со свойствами ньютоновских жидкостей. Поэтому можно говорить о том, что реологическое поведение эмульсий не является основополагающим фактором причины возникновения эффекта динамического запираания.

Еще в ранних работах Ахметова А.Т. и Саменова С.П. [2, 3] появляются первые предположения о возникновении «трения» между микрокаплями воды, которое приводит к организации микрокапель воды у входа в микроканал, чем и объясняется остановка течения эмульсий в микроканалах. В более поздних работах болгарских физхимиков описан механизм проскальзывания и прилипания слоев пузырей в пенах [4]. Так, при сближении пузырьков в пене, движущейся в сдвиговом потоке, происходит выжимание дисперсионной среды из пространства между пузырьками пены до появления черных пленок (рис. 1(а)). В черных пленках взаимодействие между соседними слоями, состоящими из молекул ПАВ, затрудняет касательные смещения слоев аналогично трению между твердыми поверхностями. Авторы предполагают, что в концентрированных эмульсиях процессы аналогичны.

Физический механизм динамического запираания обратных водоуглеводородных эмульсий в микроканалах связан с образованием структуры из микрокапель воды у входа в микроканал. Поверхность микрокапель воды покрыта молекулами ПАВ эмульгатора, размеры которых около 3 нм. Если рассмотреть течение эмульсии у входа в микроканал, на который на начальном этапе приходится весь перепад давления, с течением времени происходит некоторая сепарация микрокапель воды, у входа их концентрация возрастает, что приводит к увеличению вязкости во входной зоне и падению части перепада давления на зоне у входа в капилляр. Это приводит к увеличению градиента давления, дальнейшей сепарации капель воды и их частичной деформации (рис. 1(б)). Постепенно несущая фаза выжимается в местах сближения микрокапель аналогично черной пленке, проявляется сила трения, происходит структурирование эмульсии во входной зоне, преобразование капель воды из сферической формы в подобие многогранников, и точки касания между каплями преобразуются в поверхности (рис. 1(в)). Таким образом, можно предположить, что под действием большого градиента давления нефтяная фаза выжимается из пространства между микрокаплями воды. В результате движение эмульсии останавливается. Между тем, по результатам экспериментов, при градиентах давления порядка 1 ГПа/м время запираания гораздо

меньше, чем в случае градиентов 10 МПа/м. Вероятно, при больших градиентах деформирование микрокапель воды происходит гораздо быстрее [5].

3. Методика эксперимента

Гидродинамика дисперсных систем определяется физико-химическими свойствами дисперсных сред, геометрией канала, масштабом частиц дисперсной фазы и их взаимодействием со стенками. В качестве дисперсионных сред использовались водонефтяные эмульсии, а также эмульсии на основе простых химических соединений: дистиллированная вода, декан, додецилсульфат натрия (прямая эмульсия) или Span80 (обратная эмульсия). Изучение реологических свойств с помощью вискозиметра HAAKE MARS III показало, что оба типа эмульсий хорошо аппроксимируются степенной зависимостью модели жидкости Оствальда-де Вааля.

Была приготовлена обратная водоуглеводородная эмульсия с одинаковым содержанием эмульгатора (Span80) в углеводороде (декан), но с разной концентрацией дистиллированной воды (рис. 2) при одинаковых условиях изготовления.

На фотоснимках (рис. 3) приведены эмульсии с концентрациями 60 и 90%. Легко заметить, что размеры микрокапель воды в эмульсиях и в том и другом случае остаются примерно одинаковыми, однако при концентрации 90% плотность их упаковки значительно выше.

При фильтрации через три последовательно закрепленные сетки с размерами ячеек не более 40 мкм, используемые в инфузионных системах для внутривенного вливания, получили дробление микрокапель воды в эмульсии (рис. 4). Масштабы, нанесенные на эти фотоснимки (100 и 50 мкм), позволяют судить о том, что размеры микрокапель при продавливании уменьшились более чем в 2 раза. При этом вязкость эмульсии для скорости деформации сдвига 100 1/с составила 40,5 мПа·с для нефилтрованной и 70,8 мПа·с для филтрованной. Дополнительная фильтрация эмульсии через сетчатые фильтры привела к увеличению вязкости практически в 2 раза, что обусловлено дроблением капель при продавливании эмульсии через три слоя сеток.

Проведенные авторами исследования обратных эмульсий обнаруживают увеличение вязкости с увеличением дисперсности эмульсий и более быстрое возникновение динамического запираания при течении через капилляр [6].

Для визуального исследования процесса возникновения эффекта динамического запираания были разработаны и изготовлены методом мягкой фотолитографии микрожидкостные устройства

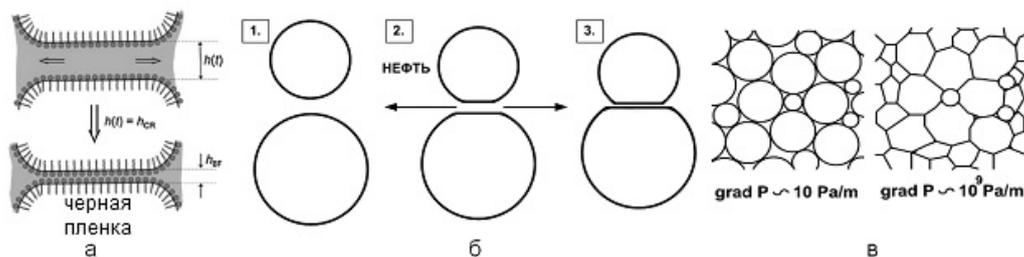


Рис. 1. Выжимание дисперсионной среды из пространства: а) между пузырями пены [4], б) между каплями воды эмульсии, в) преобразование сферических капель воды эмульсии в «многогранники» при больших градиентах давления у входной зоны микроканала

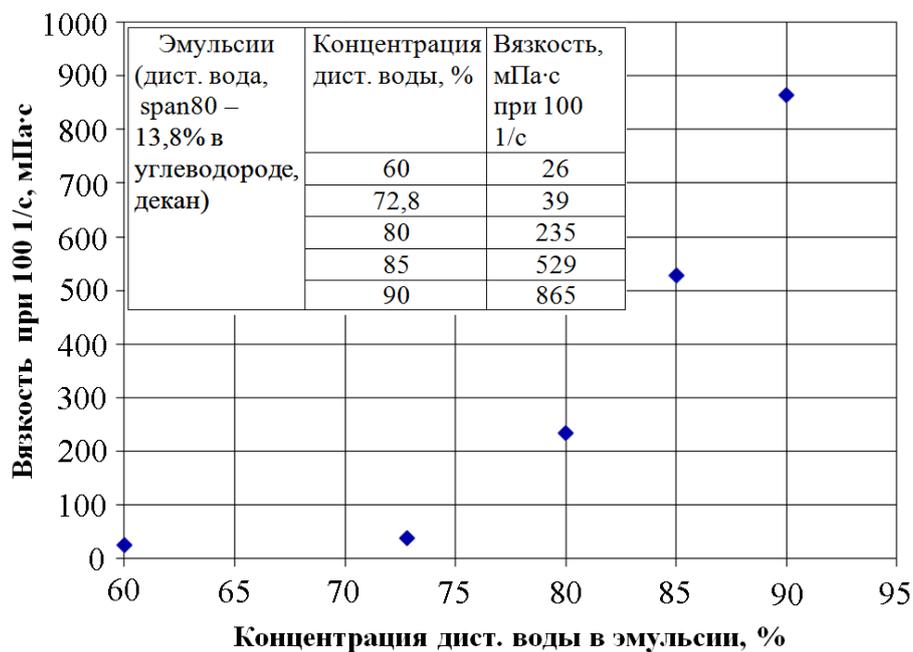


Рис. 2. Зависимость вязкости эмульсии от концентрации дистиллированной воды

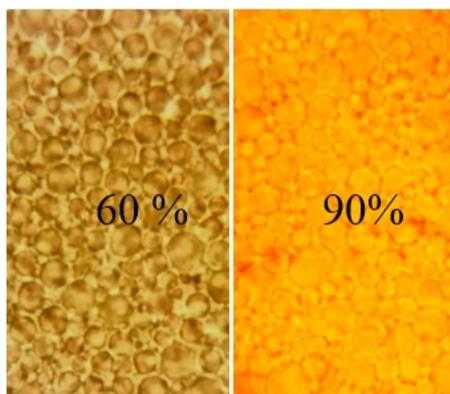


Рис. 3. Фотоснимки эмульсии с различной концентрацией дистиллированной воды (60% — слева и 90% — справа)

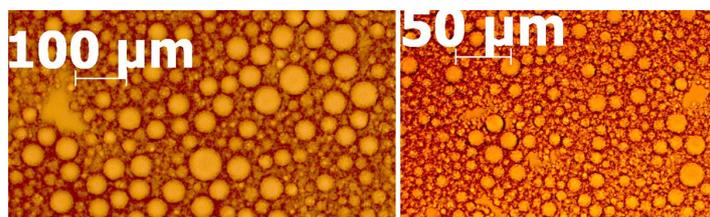


Рис. 4. Микрофотография эмульсии до (слева) и после (справа) фильтрации

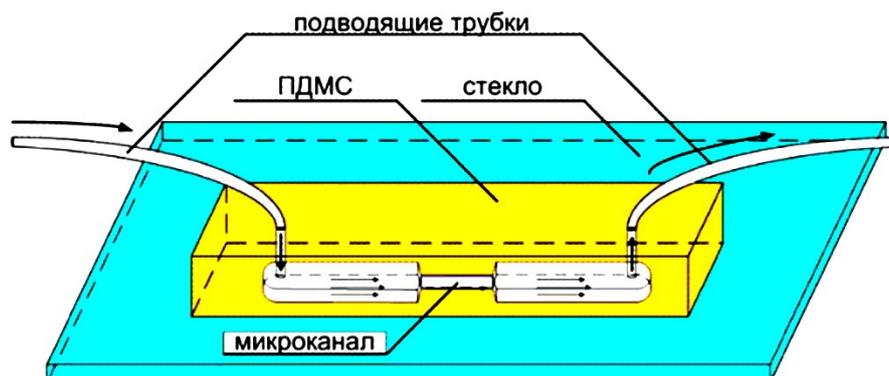


Рис. 5. Схематичное изображение микрожидкостного устройства из ПДМС на предметном стекле

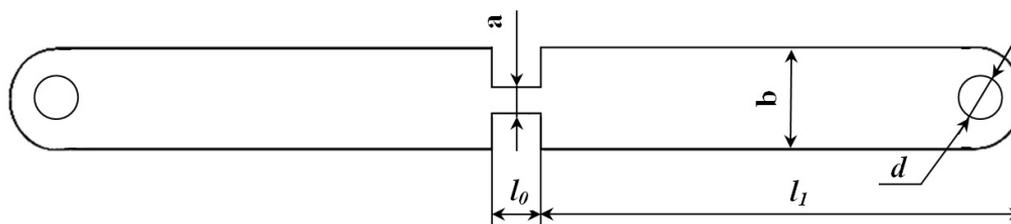


Рис. 6. Схематичное изображение микрожидкостного устройства, вид сверху

(МЖУ) со ступенчатым сужением различной конфигурации. Их отличительной чертой является то, что стекло, на котором закреплен полидиметилсилоксан (ПДМС) с микроканалом, может быть как предметным, так и покровным, что позволяет получать изображения высокого разрешения.

Типичная схема МЖУ представлена на рис. 5.

Во входные отверстия устанавливались тонкие металлические иглы, через которые при помощи гибких шлангов подавалась эмульсия. Эмульсия поступала при постоянном перепаде давления, который обеспечивался сжатым воздухом от компрессора (или шприцевого насоса), проходящим через цифровой контроллер давления, который обеспечивает на выходе необходимое постоянное давление. Расход измерялся весовым методом. МЖУ устанавливалось на столике инвертированного микроскопа (Olympus IX71). Для получения изображений микрокапель эмульсии использовался 60-кратный объектив. Цифровая высокоскорост-

ная камера (Photron Fastcam SA5) закреплялась на одном из оптических портов микроскопа, и изображения эмульсии передавались в компьютер посредством Ethernet интерфейса. Камера позволяла регистрировать изображения с высокой скоростью (до 50000 кадров/сек).

В экспериментах использовались эмульсии в/м на основе простых химических соединений: дистиллированная вода — 74% и углеводородная фаза: декан — 22% с эмульгатором Span 80 — 4%. Сначала осуществлялось перемешивание декан со span80, далее в углеводородную фазу вливали дистиллированную воду и затем продолжали перемешивание смеси; при этом время и скорость перемешивания для эмульсий различались.

На рис. 6 представлена схема МЖУ со ступенчатым изменением ширины канала, её левая часть идентична правой.

Для цилиндрического течения в последовательно соединенных прямоугольных каналах в гид-

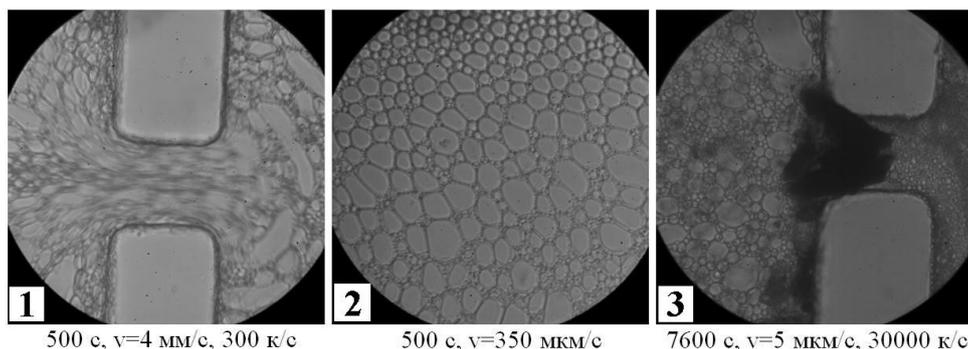


Рис. 7. Видеоизображения движения эмульсии у входной части в микроканал, движение слева-направо. Под кадрами написано время с начала эксперимента, скорость движения и скорость съёмки

равлической постановке в пренебрежении концевыми эффектами была получена формула для расчета расхода течения:

$$Q = \frac{2h^3 ab \Delta P}{3\mu(bl_0 + 2al_1)}, \quad (1)$$

где h — половина глубины канала (расстояние между ПДМС и покровным стеклом); ΔP — перепад давления; Q — расход жидкости; μ — вязкость; a и l_0 — соответственно ширина и длина узкой части МЖУ (микроканала); b и l_1 — соответственно ширина и длина широкой части МЖУ.

Перед каждым экспериментом по течению эмульсии проводили калибровку по течению дистиллированной воды, из расхода течения которой по формуле (1) находили глубину микроканала.

4. Результаты эксперимента

Были приготовлены эмульсии при скорости перемешивания 3600 об/мин и 1500 об/мин (время перемешивания 25 минут). Запирание для эмульсии, изготовленной при 3600 об/мин, происходило в течение минуты. Микрокапли воды в обоих типах эмульсий были достаточно мелкие, их деформацию было сложно рассмотреть на имеющемся оборудовании. Поэтому приготовили эмульсию при скорости перемешивания 400 об/мин.

Прямоугольный канал со ступенчатым уменьшением ширины с 1000 мкм до 100 мкм, выполненный на покровном стекле для увеличения разрешения изображений, является наилучшим аналогом капиллярных каналов, которые были тестовыми для изучения эффекта динамического запирания. Для микроканала с геометрическими размерами (рис. 6): $a = 100$ мкм, $b = 1000$ мкм, $l_1 = 4500$ мкм, $l_0 = 100$ мкм, $\mu = 1$ мПа·с (для воды при 20° С) расчетные значения для расхода по формуле (1) хорошо согласуются со значениями, полученными экспериментально при течении

воды. Провели эксперимент на МЖУ с данными размерами. Расход по дистиллированной воде составил 33 мкл/с для 50 кПа и 66 мкл/с для 100 кПа. Корректировка глубины канала по формуле (1) дает значение глубины канала 46 мкм. Эмульсия подавалась при перепаде давления 50 кПа, скорость в микроканале на начальном участке, из расхода 0,37 мкл/с, составила 80 мм/с, через 100 секунд она упала до 4 мм/с, т.е. уменьшилась в 20 раз. На рис. 7(1) показано движение эмульсии в микроканале спустя 500 секунд от начала подачи перепада давления 50 кПа. В широкой области рядом с узким микроканалом (рис. 7(2)) видим скопление деформированных капель, скорость движения которых составляет 350 мкм/с. Через 7500 секунд скорость уменьшилась до 5 мкм/с, запирание связано с попаданием частицы в микроканал (рис. 7(3)).

В правой части рис. 7(3) видим более мелкие капли, т.е. капли дробятся при прохождении через частицу, образуя на выходе плотную структуру.

При проведении повторных экспериментов также присутствовало замедление движения, связанное с попаданием частиц, которые вымывались дальнейшим потоком, запирание в течение 2-х часов не наблюдалось.

В связи с тем, что запирание без попадания включений (уменьшающих сечение узкой части микроканала в несколько раз) в имеющемся канале не обнаружили, решено было изготовить МЖУ, имеющее размер узкой части 20 мкм. Эксперименты в этом канале приводили к закупорке течения, связанной с попаданием частиц на входе в узкую часть микроканала. При экспериментах с более широким каналом запирание не наступало, имеющиеся в эмульсии крупные капли воды легко проходили через узкую часть микроканала, прочная структура не образовывалась.

В связи с тем, что в эмульсии присутствовали крупные капли воды, приготовили новую эмульсию

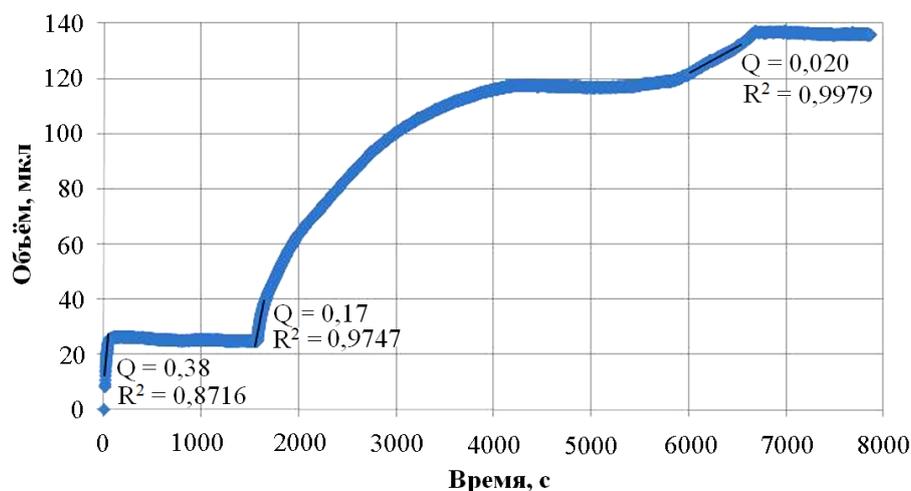


Рис. 8. Зависимость объема протекшей через микроканал со ступенчатой геометрией эмульсии от времени

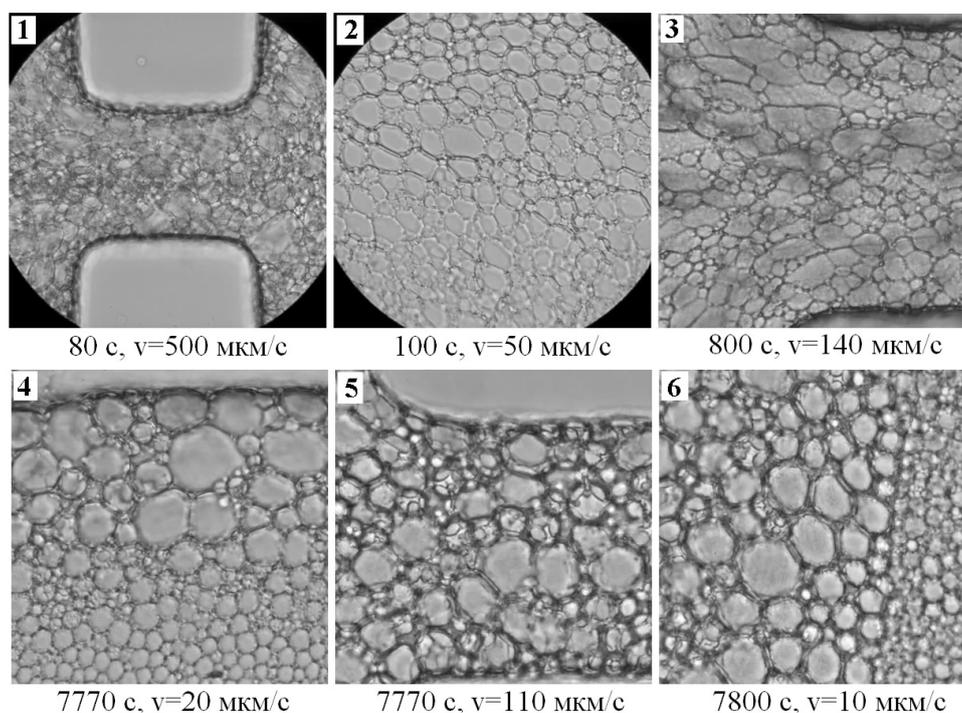


Рис. 9. Видеоизображения движения эмульсии у входной части в микроканал. Под кадрами написано время с начала эксперимента и скорость движения, скорость съёмки 10000 к/с

при скоростях перемешивания 800 об/мин. В то же время слишком большие скорости перемешивания не использовали при изготовлении, иначе капли получались бы мелкими, их движение и деформацию на имеющемся оборудовании было бы не разглядеть.

Провели эксперимент в аналогичном микроканале ступенчатой геометрии с узкой частью 100 мкм и длиной 100 мкм. Расход по течению дистиллированной воды для 50 кПа составил

31,4 мкл/с, глубина канала по формуле (1) составила 45,5 мкм. Из рис. 8 видно, что в начальный момент времени эмульсия двигалась с расходом 0,38 мкл/с, скорость движения составляла 85 мм/с.

На рис. 9 приведены видеоизображения, соответствующие рис. 8. Через 80 секунд скорость снизилась до 500 мкм/с (рис. 9(1)). Вблизи узкой части присутствуют деформированные структуры из микрокапель воды, двигающихся со скоростью 50 мкм/с (рис. 9(2)). Через 800 секунд скорость в

узкой части микроканала снизилась до 140 мкм/с (рис. 9(3)).

На 1585 секунде подали перепад давления 100 кПа, скорость при этом выросла до 37 мм/с. Через 4000 секунд вновь наступило запирание, однако большие капли в эмульсии и значительный перепад давления привели к тому, что через 2000 секунд вновь открылось движение со скоростью 4 мм/с (рис. 8). На 6690 секунде давление уменьшили до 50 кПа, что привело к повторному запиранию. Запертая структура, образованная скоплением деформированных микрокапель воды, находится вблизи входной узкой части микроканала, в микроканале и за микроканалом, соответственно представлены на рис. 9, кадры 4, 5 и 6. Полученные кадры визуально подтверждают гипотезу механизма динамического запирания. При этом по краям (рис. 9, кадры 4 и 6) капли более крупные, чем в середине, что связано с их меньшей плотностью упаковки, меньшей скоростью при движении до наступления запирания.

5. Заключение

Обнаружено, что обратные водоуглекислотные эмульсии, состоящие из микрокапель воды, сопоставимые с размером сужения, приходили в состояние запирания только при наличии включений, застревающих в сужении; при этом проходящие через это включение капли дробились, что приводило к уплотнению структуры, увеличению вязкости и динамическому запиранию. Мелкодисперсная эмульсия быстро (время порядка 1 минуты) приходила в состояние запирания, однако деформацию микрокапель воды было сложно рассмотреть на имеющемся оборудовании. Наилучшими для визуального исследования оказались эмульсии, приготовленные при скоростях перемешивания 800 об/мин, имеющие размеры микрокапель порядка 5 мкм. Использование высокоскоростной камеры совместно с инвертным микроскопом позволило увидеть деформацию микрокапель воды в эмульсии, приготовленной из простых химических соединений, микрокапли воды при взаимодействии под давлением принимали форму многогранников

со сглаженными углами. Полученные результаты визуально подтверждают высказанную ранее гипотезу о том, что возникновение динамического запирания объясняется «трением» микрокапель воды эмульсии — взаимодействием их оболочек, состоящих из ПАВ, деформацией капель воды под воздействием локального давления в местах резкого сужения микроканала. Усиление взаимодействия капель и уплотнение структуры, скопление капель во входной зоне микроканала приводит к значительному замедлению потока.

Список литературы

- [1] Ахметов А., Телин А., Глухов В., Силян М. Физическое моделирование и методы визуализации при разработке основ нетрадиционных технологий на базе инвертных дисперсий // Технологии ТЭК. Нефть и капитал. 2004. №1(14). С. 33–36.
- [2] Ахметов А.Т., Глухов В.В., Мавлютов М.В., Телин А.Г. Физические основы применения потокоотклоняющих технологий на базе инвертных дисперсий // Материалы III Всероссийской научно-практической конференции «Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа». Томск: Издательство Института оптики атмосферы СО РАН. 2004. С. 13–17.
- [3] Мавлютов М.В., Саметов С.П. Экспериментальное изучение течений водонефтяных и водогексановых эмульсий в капиллярах // Сборник научных трудов научной конференции молодых ученых по механике сплошных сред «Поздеевские чтения». Екатеринбург: УрО РАН. 2006. С. 113–115.
- [4] Denkov N.D., Tcholakova S., Golemanov K., Ananthapadmanabhan K.P. and Lips A. The role of surfactant type and bubble surface mobility in foam rheology // *Soft Matter*. 2009. 5. 3389–3408(20).
- [5] Ахметов А.Т., Саметов С.П. Особенности течения дисперсии из микрокапель воды в микроканалах // Письма в ЖТФ. Т. 36, вып.22. 2010. С. 21–28.
- [6] Рахимов А.А. Изучение эффекта динамического запирания в микроканале, влияние включений // Вестник Башкирского университета. Т. 18, №2. 2013. С. 344–349.

Experimental study of hydrodynamic effects in the inverse water hydrocarbon emulsions flow in microchannels

Rakhimov A.A., Akhmetov A.T.

Mavlyutov Institute of Mechanics, Ufa

The paper presents results of hydrodynamic and rheological studies of the inverse water hydrocarbon emulsions. The success of the application of invert emulsions in the petroleum industry due, along with the high viscosity of the emulsion, greatly exceeding the viscosity of the carrier phase, the dynamic blocking effect, which consists in the fact that the rate of flow of emulsions in capillary structures and cracks falls with time to 3-4 orders, despite the permanent pressure drop. The reported study shows an increase in viscosity with increasing concentration or dispersion of emulsion. The increase in dispersion of w/o emulsion leads to an acceleration of the onset of dynamic blocking. The use of microfluidic devices, is made by soft photolithography, along with high-speed photography (10,000 frames/s), allowed us to see in the blocking condition the deformation of the microdroplets of water in inverse emulsion prepared from simple chemical compounds.

Keywords: water hydrocarbon emulsion, rheology, dynamic blocking effect, microfluidic device, the microchannel

