論 説
 Original Article

FLASS を用いた等温降圧実験におけるアスファルテン析出圧力の考察

宮川 喜洋^{*†}・五十嵐 雅之^{*}・渡辺 拓己^{*}・前田 治男^{**}・矢澤 仁徳^{***}・米林 英治^{*}

(Received September 4, 2015 ; accepted March 1, 2016)

Asphaltene Onset Pressure (AOP) Interpretation based on Isothermal De-pressurizing Test Data using FLASS (Flow Assurance System)

Yoshihiro Miyagawa, Masayuki Ikarashi, Takumi Watanabe, Haruo Maeda, Nintoku Yazawa and Hideharu Yonebayashi

Abstract : For accelerating asphaltene evaluation, a commercial packaged apparatus applying laser light scattering technique was installed in our laboratory in 2010. This apparatus can measure asphaltene onset pressure (AOP), count / size of precipitated asphaltene particles and density / viscosity. During isothermal de-pressurizing test, AOP is detected by mainly using solid detection system (SDS) equipped in the apparatus. The SDS consists of laser light source, receiver, and glass cell. Measuring by SDS provides continuous profile for power of transmitted light (PTL) that can typically show a sudden drop when asphaltene particles start precipitating. However, our laboratory experience is sometimes faced to untypical PTL profiles. This paper focused on a case that did not detect SDS-basis AOP for a single phased fluid from domestic oil field. To find a way for solution, it was applied to estimate AOP by comprehensively interpreting whole measured data (i.e. particle count / size, density and viscosity) that were simultaneously taken at the SDS application. As a result, appropriate and practical AOP was estimated successfully.

Keywords : asphaltene, precipitation, onset pressure, solid detection, laser, transmittance, flocculation, aggregation

1. はじめに

油田の生産操業における 1 つの技術要素として流動性の確保、所謂 Flow Assurance は非常に重要である。一般に、Flow Assurance ではスケール、パラフィン、アスファルテン、ハイドレートの析出による流動経路の閉塞を主な対象課題とするが、これらの中でもアスファルテン析出は温度と圧力の 2 要素が関与するため、その挙動がより複雑である。正確な挙動把握のためには、油層条件を保持した単相流体を坑底から採取することが望ましく、これを用いてアスファルテン析出圧力 (Asphaltene Onset Pressure, AOP) などの特性の計測を行う。しかしながら、坑底油層流体試料 (Bottom Hole Sample, BHS) の採取は高価であり、採取容量にも制限があるため、採取試料のラボ実験への供試には綿密な計画が求められる。代替案としては、取得容量に制限が少ない地上流体試料と析出した固体アスファル

テン粒子を個別に採取して、リコンバイン試料を調製するという方法が考えられるが、これはアスファルテンの析出・再溶解に可逆性を有している油田において採用可能な手法である。対象油田のアスファルテン析出・再溶解特性が非可逆性の場合は BHS を採取するしかない。ここで、BHS が事前計画どおりに採取できれば良いが、実際には予期せぬ事情、例えば試料採取ツールが目的の深度まで降下できないなどの理由により計画外の深度試料しか採取できない事態は珍しいケースではない。したがって、採取に成功した BHS の重要性は一層重みを増す。

近年、油層評価関連実験機器の進歩はさまざまな有用データの効率的取得を可能にしている。当社においても、2010 年にアスファルテン析出問題解決に資する目的で Flow Assurance System (FLASS, VINCI Technologies 社) を導入し、AOP、析出物個数・粒子面積 (粒子径) 計測に有効活用している。しかしながら、一連のデータ測定はサンプル流体の状態により、等温降圧降下実験において AOP 到達時の透過レーザー強度の急激な減少といった教科書的な結果を得られない場合も多い。この場合において、当該解析試料を低品質試料と早計に判断し、以後のスタディに使用しないとの方針は高価な費用を掛けて取得した BHS の有効利用および費用対効果の観点から性急過ぎる。本稿

^{*} 国際石油開発帝石株式会社 技術本部 技術研究所 貯留層評価グループ
 Technical Research Center, Technical Division, INPEX Corporation

^{**} 国際石油開発帝石株式会社 技術本部 技術研究所 Technical Research Center, Technical Division, INPEX Corporation

^{***} 国際石油開発帝石株式会社 技術本部 技術基盤ユニット Technical Resources Unit, Technical Division, INPEX Corporation

[†] Corresponding author : E-Mail : yoshihiro.miyagawa@inpec.co.jp

では本邦油田より取得した BHS を用いた取得データを複眼的に考察することで、等温降圧実験時のレーザー透過量による計測だけでは求めることができなかった AOP を推定した一例を紹介する。

2. 南桑山油田の概要

南桑山油田は新潟県五泉市の北西 2 km に位置し、油層は地下 3,000～3,500 m 付近に存在する凝灰質砂岩から成る。同油田は 2003 年の試掘により発見され、これまでに合計 4 坑が掘削されており、現在 2 坑井に対して Jet Pump 人工採油を適用して生産を継続中である。特徴として初期油層圧力が流体飽和圧力を大きく上回る不飽和油層であること、かつ生産原油中に 1 wt% 程度のアスファルテン分と 7 wt% 程度のレジンを含有することが挙げられる。比重は API 度が約 37 の中軽質原油であり、埋蔵量としては日本国内油田有数の規模を誇る。一方で開発当初より流体生産過程における温度・圧力条件の変化に伴う油層内、坑内および地上設備でのアスファルテン析出による生産障害が問題となっており、同問題に対しては開発当初より主要課題として取り組んできている（眞田，2006；Sanada・Miyagawa，2006；黒川，2010；Uetani・Nomura，2011；上谷，2013；Hibi *et al.* 2014；Uetani，2014；Uetani *et al.* 2014）。これまでインヒビターの圧入、生産レート抑制によるドロウダウン圧力のコントロールなどにより安定的かつ効率的な生産操業継続を行っているがさらなる改善が期待されている。

3. 測定装置

本稿では AOP 測定に以下の 2 種類の測定装置を使用した。

3.1 FLASS

FLASS（図 1）は、エアバス内に Solid Detection System (SDS) の Near-infrared (NIR) レーザー送受信用オプティカルケーブルの一端を挿入するサファイアウィンドウを備えた SDS Cell Pump（容量 200 cc）、流体試料の系内循

図 1 FLASS 概略図

図 2 Near-Infrared Light Scattering 法の原理
(出所：Schlumberger, 2007)

環用 Circulating Pump（容量 10 cc）、アスファルテン溶剤（芳香族炭化水素、分散剤など）ないし凝集剤（軽質炭化水素、二酸化炭素など）添加用の Titration Pump（容量 100 cc）、アスファルテン析出粒度分布をマイクロスコプ画像で観察する High Pressure Microscope (HPM) Cell で構成される。また流体循環ループ内に粘度計（Electro Magnetic Viscometer, Cambridge 社）と密度計（DMA-HPM Densitometer, Anton Paar 社）を組み込んでいる。最高使用圧力は 14,500 psi、設定温度範囲は -20℃ から 200℃ である。

計測機器は SDS と HPM から構成され、前者は SDS Cell Pump 内に充填した流体試料を透過する等温圧力降下過程で 1,310 nm 波長の NIR レーザー透過率（Power of Transmitted Light：PTL）を計測することにより固形物の析出を検出する（図 2）。後者は NIR レーザー透過率の計測と同時に HPM Cell 内のアスファルテン析出・凝集過程の拡大画像（倍率：200 倍、画像サイズ：横 933.3 μm × 縦 700.0 μm 相当）を収録し、画像処理により析出物の個数と粒子面積（最小検出粒子径サイズ：1.0 μm ）を計測する。

粒子面積からの粒子径換算は、 $\mu\text{m} = \sqrt{\frac{\mu\text{m}^2 \times 4}{\pi}}$ 。ここで、

μm ：粒子径、 μm^2 ：粒子面積、 π ：円周率である。さらにこれらの光学的な観察と同時に、流体試料の粘度、密度を連続的に測定可能な仕様である。

3.2 PVT 装置

上述のレーザー光散乱式 SDS 計測装置は 2000 年代以降に主流となった比較的新しい測定手法である。また、油の API 比重によってはレーザー光が元々透過できないといった短所もあるため、FLASS による計測結果の妥当性検証の目的で、Gravimetric Technique (Jamaluddin, 2001) による AOP 測定を併せて検証することとした。この方法では、AOP 以上の圧力領域ではアスファルテンが流体中に分散しているため含有量は一定で、AOP 以下の圧力領域では析出凝集したアスファルテンが静置により沈降するため、圧力低下に伴い BHS に含まれるアスファルテンが減少する（図 3）。この重量分析式の測定には、最大容積 500cc の PVT 装置（FLUID-EVAL Standard Version with Visual Head, VINCI Technologies 社）を用いた。

図3 Gravimetric 法の原理
(出所：Schlumberger, 2007)

4. 流体試料

4.1 BHS 採取

測定に供した南桑山油田のBHSは生産開始からの期間が異なる2種類を用いた。BHS-1は生産開始後間もなくに採取したものであり、流動坑底圧がAOPに到達する前にサンプリングしている。一方、BHS-2は生産開始後数年を経て採取したものであり、自然排油生産に伴う圧力低下により流動坑底圧がAOPに到達し、坑内でアスファルテンの析出凝集が生じている状況下でのサンプリングであった。両BHSとも坑井コンディショニングフロー、密閉、坑内圧力勾配測定から油水界面位置を求め、その50 m上方のオイルコラムから油層流体の圧力保持が可能な自社One-phase サンプラー (LEUTERT 社) を用いて坑底より採取した。地上に回収したサンプラーは油層温度相当の150℃に加温、初期油層圧力の1.5倍で安定させた後One-phase シッピングボトルに移送し、窒素ガスで8,000 psigを保持した状態でラボに輸送した。一般にアスファルテン析出・溶解は可逆反応と言われているが、本稿で紹介するBHSは十分な養生期間を取っても完全には再分散しない、所謂非可逆特性を持つことが経験的に分かっている。計測実施前のBHSは150℃、8,000 psigの温度圧力条件下でワックスおよびアスファルテンの再分散処置を施した（以下、再分散BHS）。再分散BHSは0.5 μ m 焼結金属フィルターを介して夾雑物を除去し、油層温度143℃、真空下の装置内に導入して計測を実施した。

4.2 流体試料の性状分析

4.2.1 アスファルテン含有量測定

アスファルテン含有量測定は、再分散BHSを大気圧条件にフラッシュして回収したフラッシュドオイルをIP 143 テストメソッド (IP 143/01 or ASTM D6560-00, 2001) に準じて測定した。BHS-1のアスファルテン含有量は1.0 wt%，BHS-2は0.9 wt%であった。BHS-1およびBHS-2間に大きな差異は認められなかった。

4.2.2 SARA 分析

Saturates・Aromatics・Resin・Asphaltene (SARA) 分析は、上述のフラッシュドオイル試料をIATROSCAN (TLC-FID, Thin Layer Chromatography with Flame Ionization Detector,

三菱化学メディエンス社) を用いて分析した (ASTM D4124-91, 2001)。IATROSCANはライトエンド成分を含まない重質原油の分析に適した装置である。溶媒による成分展開および展開溶媒の乾燥除去操作時にライトエンド成分の気化減失が生じやすい中軽質油の分析には適さず、原油組成により測定結果に $\pm 10 \sim 20$ wt%程度のバラツキが生じる。気化減失の影響を大きく受ける成分は飽和分と芳香族分のライトエンドであり、高沸点成分であるレジン分とアスファルテン分には殆ど影響がなくレジン / アスファルテン比は比較的安定した結果が得られる。これらの理由により本稿ではIP 143 テストメソッドで得られたアスファルテン含有量をベースに、IATROSCANで得られたレジン / アスファルテン比でレジン含有量を決定し、100 wt%に満たない部分を飽和分+芳香族分 (S+A) の一成分として (S+A) RA の3成分の各含有量を算出している。今回測定したBHS-1のフラッシュドオイルから得られた [S+A] RA 含有率は、91.9 wt% : 7.1 wt% : 1.0 wt%である。

5. AOP 測定

南桑山油田BHSの等温降圧実験に際し、再分散BHSをFLASS系内に40 cc導入する。BHSを真空状態の装置に導入するため系内でアスファルテンが析出する。このためSDS Cell PumpでBHS圧力を10,000 psigに加圧、ミキサーを動作させて攪拌状態で圧力制御し、Circulating Pumpを往復動させることにより系内に導入した流体を循環してアスファルテンを再分散させる。PTLの安定化、HPMで計測される粒子数と粒子面積が最小となった時点をもってアスファルテンが再分散したと判断して計測に移行する。

計測時は圧力制御したSDS Cell PumpからHPM Cellに低レートで系内の流体を移動させるためにCirculating Pumpを0.01cc/minで動作させ、PTL、HPM粒子数と粒子面積に変化がなく安定していることを確認した後、計測

図4 SDS PTL 取得データ例 (BHS-A)

図5 HPM 粒子数 / 平均粒子面積取得データ例 (BHS-A)

図6 SDS PTL 取得データ例 (PSF)

図7 HPM 粒子数 / 平均粒子面積取得データ例 (PSF)

開始圧力 10,000 ないし 8,000 psig, 終了圧力 1,500 psig, 安定化時間 60 秒, 降圧速度 25 psi/min, 降圧ステップ 50 psi の条件で実施した。

5.1 FLASS を用いた AOP 計測例

他の油田で採取されたアスファルテン析出を伴わない BHS-A およびセパレータ採取 STO (Stock Tank Oil) に合成セパレータガスを添加して調製した疑似合成流体 (Pseudo Synthetic Fluid, PSF) の FLASS 計測例を図 4, 5 (測定温度 110℃) および図 6, 7 (測定温度 99℃) に示す。

5.1.1 BHS-A 試料

クロマトグラフ用 2 ml バイアル比較で可視光が透過する赤褐色を帯びたブラックオイルで, API 比重 37.0°, [S+A] RA は 92.2 wt% : 7.7 wt% : 0.1 wt% を含有する試料である。8,000 psig から沸点圧力 (Pb) 間の PTL 挙動は, 入力レーザー最大強度 13.05 mW に対して計測圧力範囲で横ばいの 3.59E-03 mW を示し, 降圧過程でアスファルテン析出を伴わないアスファルテン微量含有試料の典型的な計測例である。同圧力範囲の HPM 粒子数挙動も横ばいの 8 カウント前後, 平均粒子面積挙動も 50 ~ 75 μm^2 範囲内で横ばいに推移して粒子数の増加ならびに平均粒子面積の成長が見られない。ここで検出される粒子数 7 ~ 9 個と各粒子面積 (換算粒子径 7 ~ 170 μm) の収録値は, マイクロスコープと CCD カメラに起因して検出されてしまうアーチファクトであり, 実際には粒子径 1 μm 以上の固形物析出は観察されない。

5.1.2 PSF 試料

可視光が透過しない黒褐色を帯びたブラックオイルで, API 比重 29.3°, [S+A] RA は 77.6 wt% : 20.0 wt% : 2.4 wt% を含有する流体である。PTL 挙動は, 入力レーザー最大強度 13.05 mW に対して 8,000 psig で 9.20E-07 mW, Pb 直前で 1.91E-06 mW を示し圧力に反比例して PTL が増加するが, Pb に到達するまでにアスファルテンの析出を示

す PTL の散乱低下挙動が観察されない, すなわち降圧過程でアスファルテン析出を伴わないアスファルテン含有試料の典型的な計測例である。HPM 粒子数挙動は 8,000 psig で 40 カウント前後から 4,000 psig 付近で 100 カウントまで緩やかに増加し, 3,500 psig 付近から急激にカウント数が増加して Pb 付近で約 600 カウントを示している。平均粒子面積挙動は 8,000 psig で 35 μm^2 程度から 2,500 psig で 10 μm^2 程度まで緩やかに減退していき, Pb 直前まで 10 μm^2 で横ばいの推移が観察される。Pb 直前の粒子径 - 粒子数分布では 6 μm 以下の粒子が約 85% (510 個), 7 ~ 13 μm の粒子が約 15% (90 個) を占めていた。この現象は流体中の固形物粒子の析出を伴わず減圧過程で細分化されることにより粒子数の増加かつ粒子径の減退を示す挙動であると推察されるが, 上記の粒子径 - 粒子数分布範囲では粒子数が増加しても PTL の散乱低下が観察されないことから, PTL 検出は粒子数 700 カウント程度以下では PTL 減衰に与える影響はほとんどなく, 粒子の成長過程による影響が大きいものと考えられる。

5.2 南桑山油田 BHS-1 を用いた FLASS 計測

商業生産開始から早期に採取した BHS-1 を用いた FLASS 計測結果 (測定温度 143℃) を図 8 ~ 11 に示す。試料は可視光が透過しない黒褐色を帯びたブラックオイルで, API 比重 37.5°, [S+A] RA は 91.9 wt% : 7.1 wt% : 1.0 wt% を含有し, 操業過程で圧力減退に伴いアスファルテン析出障害が生じることが経験的に分かっている油層流体である。BHS-1 の PTL 挙動 (図 8) は, 入力レーザー強度 2.22 mW に対して 10,000 psig で 5.18E-05 mW, Pb 直前で 3.46E-05 mW, 計測圧力範囲の 4,550 ~ 4,600 psig 間で 5.58E-05 mW の最大透過率を示し, AOP は PTL が減衰し始める 4,570 psig と判定される (以下 PTL AOP)。この PTL 挙動は降圧過程でアスファルテンの析出を伴う PTL の散乱低下が観察される, アスファルテン含有試料の典型的な計測結果である。HPM の粒子数 (図 9) および平均粒子面積 (図 10) 挙動は, 圧力低下に伴い粒子数および粒子面積ともに増加勾配が変曲する 3 つの点が確認できるが, 6,250 psig の変曲点は初期油層圧力を超えた圧力であることから解析の対象から除外した。ここで 2 つの変曲点の内, 高压側を「変曲点 A」, 低压側を「変曲点 B」とする。粒子数の変曲点 A は 4,500 psig, 変曲点 B は 3,500 psig に位置し, 粒子面積の変曲点 A は 4,550 psig, 変曲点 B は 3,850 psig に位置する。HPM 粒子数および粒子面積の勾配変曲点圧力を比較するとともに変曲点 A は 100 psig の乖離範囲で PTL AOP の 4,570 psig とほぼ整合する傾向が見られた。また 5.1.2 節で示した PSF と本節で得られた BHS-1 の粒子面積計測結果から FLASS 搭載の SDS PTL の検出下限は, 固形物の平均粒子面積が 35 ~ 40 μm^2 (平均粒子径 7 μm 前後) の間にあるものと推定される。降圧過程で固形物の析出がない流体試料の粘度挙動は, 通常圧力の低下に伴い粘性が低下し Pb で最低粘度を示す。BHS-1 の粘度 (図 11) 挙動は, Pb 到達前の 3,540 psig に 1 点の勾配変化が見られる。この粘度計の流体中の許容粒子サイズは 25 μm (ピストンレ

図8 SDS PTL解析 (BHS-1)

図9 HPM 粒子数解析 (BHS-1)

図10 HPM 平均粒子面積解析 (BHS-1)

図11 粘度解析 (BHS-1)

ンジ：0.2–2.0 cP) となっており、これを越えるサイズの凝集粒子の影響を受けると粘度が増大する方向にシフトする。粘度計の計測機構はピストンと計測セルのアニュラー部に析出凝集したアスファルテンがピストン作動を阻害する現象を捉える。粘度データの変曲圧力は3,540 psigでHPM粒子数の変曲点Bの3,500 psigとほぼ整合する結果であったが、HPM平均粒子面積の変曲点Bは3,850 psigであり300～350 psigの乖離が見られる。この差はAOPを下回った降圧過程で取得画像上のアスファルテン析出粒子数の増加と個々の粒子成長に伴い、すでに析出していた粒子の外周部と重なり見掛け上の粒子面積が大きく検出されることにより、粒子数の変曲点Bよりも高い圧力で変曲点を示し乖離したと推察する。粘度変曲圧力3,540 psigと同圧力ポイントの平均粒子面積データを照合すると41.5 μm^2 を超えたあたりから粘度挙動に影響が生じ始めている。以上の結果から、この南桑山油田の油層流体は4,600

psig前後でアスファルテンの析出 (precipitation) が始まり圧力減退過程で徐々に凝集体が成長 (flocculation) し、平均粒子面積の成長が41.5 μm^2 (平均粒子径:7.3 μm) を超過する圧力領域 (clustered aggregation) の3,500 psig付近に達すると顕著な油層障害が発症し始める可能性が示唆された。

5.3 南桑山油田 BHS-2 を用いた FLASS 計測

BHS-2は商業生産開始から3年半経過後に採取した試料で、油層圧力はBHS-1で判定したAOPを下回り、坑井静止採取中にチュービング内で凝集したアスファルテンが坑底方向に沈降して過飽和状態で採取された。

BHS-2を用いたFLASS計測結果(測定温度143℃)を図12～19に示す。この内、テストBはテストAの計測結果が不安定だったため、試料を入れ替えて再現性を確認した結果である。テストAのPTL挙動(図12)は、入力レーザー強度2.22 mWに対して8,000 psigで8E-06 mW、Pb直前で1.18E-05 mWで圧力低下に伴い透過レーザー強度が上昇するプロファイルだが明確なPTLの減衰を示すカーブが得られなかった。ここでAOPをPTLの増加勾配が減衰し始める圧力と定義した場合、AOPは3,700 psigとなりBHS-1と比べ900 psig程度低い値となる。また8,000 psigとの比較でレーザー透過率が1/6程度に低下していることから試料中にレーザー透過を阻害する固形物が多く含有している、若しくはレーザーが透過するサファイアウィンドウ内部に何らかの障害が発生したものと考えられる。HPM Cell画像上ではサファイアガラスに小粒～中粒～大粒の粒子の沈着が見られた。BHS-1の計測で2点の変曲点が見られたHPM粒子数(図13)および平均粒子面積(図14)は、BHS-2の計測ではデータのバラツキが大きく1点の変曲点のみ確認可能であった。同様に粘度計測圧力範囲で1点の変曲点を確認できるが全体的に不安定な挙動(図15)を示している。BHS-2のPTL、HPMおよび粘度計測データが不安定でありBHS-1の変曲点Aに相当する圧力の判定は不能であった。全てがBHS-1の変曲点Bに相当する圧力と整合する傾向にあり、PTL、HPMおよび粘度の変曲圧力は3,700 psigであった。

一方、装置の解体洗浄メンテナンス後に再度BHS-2を導入したテストBのPTL挙動(図16)は、入力レーザー強度2.22 mWに対して8,000 psigでPTLがE-11 mWオーダーとなり検出器の検出下限(transmitter shatter オフ時：E-13 mW オーダー)に近い値、入力レーザー最大強度13.05 mWを適用して計測した。8,000 psigで最大値の約6.0 E-04 mWを示し圧力降下に伴いPb直前で約2.0 E-04 mWまでPTLが連続的に低下するプロファイルでありAOPの判定はできない。BHS-1の計測結果と比べPTLが極端に減衰していることから試料中レーザー透過を阻害する固形物がテストAよりもさらに多い、若しくはサファイアガラス内部に何らかの障害が発生したと考えられる。HPM画像ではサファイアウィンドウに細粒～小粒のアスファルテン凝集体が全面的に沈着している様子が見られた。このため計測圧力範囲でテストAの平均粒子面積が160～

図 12 SDS PTL 解析 (BHS-2 テスト A)

図 13 HPM 粒子数解析 (BHS-2 テスト A)

図 14 HPM 平均粒子面積解析 (BHS-2 テスト A)

図 15 粘度解析 (BHS-2 テスト A)

図 16 SDS PTL 解析 (BHS-2 テスト B)

図 17 HPM 粒子数解析 (BHS-2 テスト B)

図 18 HPM 平均粒子面積解析 (BHS-2 テスト B)

図 19 粘度解析 (BHS-2 テスト B)

260 μm^2 であるのに対し、テスト B の平均粒子面積が 15 ~ 30 μm^2 となり、サファイアガラスへのアスファルテン凝集体の沈着状況が変化することにより、PTL、粒子数および平均粒子面積取得データの再現性が得にくくなると推察する。この計測で得られた粒子数 (図 17) の変曲点は 2,750 psig、平均粒子面積 (図 18) では 3,400 psig、粘度 (図 19) では 3,500 psig である。BHS-2 のようなアスファルテンの析出凝集が激しい状況で採取した BHS は、FLASS による計測評価が乖離する傾向が見られるため、光学的手法に用いる BHS は坑井掘削後のフローテスト時ないし商業生産開始前の期間に採取する必要がある。このため BHS-2 を用いた BHS-1 の変曲点 A に相当する AOP 評価を目的に、5.4 節の Gravimetric Technique (Jamaluddin, 2001) による測定を実施して BHS-1 との AOP の整合性を確認した。

5.4 BHS-2 を用いた Gravimetric Technique による AOP 測定

Gravimetric Technique は、AOP 以上の圧力範囲でアスファルテンが流体中に分散している間、その含有量は一定であり、AOP 以下の圧力ではアスファルテンの一部が析出凝集し、静置により析出凝集したアスファルテンが沈降するため、圧力低下に伴い BHS 中に分散しているアスファルテンが減少する。その後、飽和圧力より低下するに従い BHS に分散するアスファルテン含有量が可逆反応による増加を示すプロファイルが得られる。AOP の判定は、アスファルテン含有量が一定から減少に転じる圧力ポイントとする。実際の測定操作は、PVT 装置 (3.2 項) を測定温度の 143°C、真空下の PVT Cell に再分散 BHS を 200 cc 導入し、PVT Cell 内で BHS を撹拌しながら油層温度、7,000 psig で 24 時間安定化した。次に撹拌を停止した状態で BHS を 24 時間静置後、PVT Cell 内から 7 cc (約

図 20 Gravimetric 法測定結果

表 1 変曲点圧力の判定値

単位: psig

供試流体	重量分析	PTL	粒子数	平均面積	粘度
BHS-1	未実施	4,570	4,500 (A) 3,500 (B)	4,550 (A) 3,850 (B)	3,540
BHS-2 テスト A	4,600	3,700	3,700	3,700	3,700
BHS-2 テスト B		N.D.	2,750	3,400	3,500

5 g) の BHS を IP 143 蒸留フラスコにフラッシュしてフラッシュドオイルを直接回収する。フラッシュドオイルは IP 143 テストメソッドによりアスファルテン含有量を測定した。各圧カステップにおいて上記操作を繰り返し、圧力に対するアスファルテン含有量を測定したところ、図 20 に示した測定プロファイルから AOP は 4,600 psig 付近と解釈された。BHS-1 の降圧実験で検出された PTL AOP (4,570 psig) とほぼ同等の値が観測された。したがって、BHS-1 の FLASS 計測で得られた AOP は妥当であり、さらに FLASS による AOP 計測に不向きな供試流体に対して Gravimetric Technique は有効な手法と判断された。なお BHS-1 および BHS-2 の計測結果で判定した変曲点圧力を表 1 にまとめる。

6. ま と め

南桑山油田の供試油層流体のアスファルテン分散能に違いがあるが、適正なタイミングで採取された BHS-1 では、SDS による PTL プロファイルから一般的に AOP とされる圧力の判定が可能であった。同時に計測される HPM 粒子数および平均粒子面積プロファイルには 2 つの変曲点が存在し、若干の乖離はあるものの本稿で定義した変曲点 A は PTL AOP にほぼ整合し、変曲点 B は動的指標である粘度プロファイルの変曲点に整合する可能性が得られた。PTL プロファイルに異常な挙動が見られ AOP を判定できなかった場合でも HPM 粒子数および平均粒子面積プロファイルには 2 つの変曲点が存在した場合、高圧側の変曲点 A が PTL AOP として推定できる可能性が示唆された。FLASS に搭載される SDS および HPM 計測機器で得られる計測結果で AOP が判定することができなかった場合の手法として Gravimetric Technique は有用な測定手法であった。本稿で示したこの複眼的な実験考察により、高価な採取試料に対し費用対効果の観点から有効活用の最大化に貢献すると考えられる。さらに、AOP 推定精度の向上により、今後当該 AOP を校正対象とする流体数値モデル構築を通

じた総合的なアスファルテン評価検討に存在する不確実性の減少が期待される。

謝 辞

本稿の公表を許可して頂きました株式会社東邦アーステックおよび国際石油開発帝石株式会社に謝意を表します。

SI 単位換算係数

$$\begin{aligned} (\text{PSIG} + 14.6959) \times 6.89476 \text{ E} - 3 &= \text{MPa} \\ \text{cP} \times 1.0 \text{ E} - 03 &= \text{Pa} \cdot \text{s} \\ 141.5 / (131.5 + ^\circ \text{API}) &= \text{g} / \text{cm}^3 \end{aligned}$$

引 用 文 献

- 上谷高明, 2013: 南桑山油田 アスファルテン析出の生産障害とその対策, 石技誌, **78**(6), 496-499.
- 黒川 進, 2010: 坑井データを用いたアスファルテン析出挙動の推定, 石技誌, **75**(6), 436-443.
- 眞田 陽, 2006: アスファルテン障害対策, 石技誌, **71**(6), 574-581.
- ASTM D4124-91. 2001: Standard Test Methods for Separation of Asphalt into Four Fractions. ASTM International, West Conshohocken, PA. DOI: 10.1520/D4124-97.
- Hibi, R., Tagami, K., Kobayashi, K., Liang, Y., Honda, H., Murata, S., Matsuoka, T., Morimoto, M., Uetani, T. and Boek, E.S. 2014: Investigation of Asphaltene-Asphaltene Association and Aggregation for Compositional Reservoir Simulators By Quantitative Molecular Representations. IPTC-18097-MS. <http://dx.doi.org/10.2523/IPTC-18097-MS>.
- IP 143/01 or ASTM D6560-00, 2001: Determination of asphaltenes (heptane insoluble) in crude petroleum and petroleum products. Institute of Petroleum, London, UK, pp.143.1?143.7.
- Jamaluddin, A.K.M. *et al.* 2001: A Comparison of Various Laboratory Techniques to Measure Thermodynamic Asphaltene Insatability, SPE-72154-MS, <http://dx.doi.org/10.2118/72154-MS>.
- Sanada, A. and Miyagawa, Y. 2006: A Case Study of a Successful Chemical Treatment to Mitigate Asphaltene Precipitation and Deposition in Light Crude Oil Field. SPE-101102-MS. <http://dx.doi.org/10.2118/101102-MS>.
- Schlumberger, 2007: Asphaltenes-Problematic but Rich in Potential, Oilfield Review Summer, 22-43.
- Uetani, T. and Nomura, M. 2011: A New Fracturing Design Approach for Wells with Asphaltene Deposition Problems. SPE-142747-MS. <http://dx.doi.org/10.2118/142747-MS>.
- Uetani, T. 2014: Wettability Alteration by Asphaltene Deposition: A Field Example. SPE-171788-MS. <http://dx.doi.org/10.2118/171788-MS>.
- Uetani, T., Matsuoka, T., and Honda, H. 2014: Removal of Plugged Asphaltene in a Reservoir by Earthquakes. SPE-168137-MS. <http://dx.doi.org/10.2118/168137-MS>.