

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 27 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24656544

研究課題名(和文)ホール素子を用いた高温・高圧流体の粘度測定センサーの開発

研究課題名(英文)Development of Viscosity Sensing Device of Fluids in High Pressure and High Temperature

研究代表者

佐々木 久郎(SASAKI, KYURO)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：60178639

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、測定流体中の小物体の落下に要する時間を流体セル外部に配設したホール素子を用いて測定し、粘度を算定する高温・高圧用粘度測定の方法を提示し、それに基づいた測定装置を試作した。測定装置の粘度較正試験および精度評価を行った。その後、実際の重質油の粘度測定を実施した。とくに重質油の採油増進法を想定し、高圧下でCO₂ガスを溶解させた重質油、その後、減圧でマイクロバブルを生成させたフォーミ重質油、水蒸気圧入によって生成した原油エマルジョンなどの各種原油試料における粘度を測定し、その特性を実験的に明らかにした。以上の結果から、本粘度測定法が各種の原油試料の粘度測定に適用できることを確認した。

研究成果の概要(英文)：In this study, the principle of the viscosity measurements for high pressure and high temperature has been presented by using Hall element that measures the falling time of the small magnetic object in the measuring fluid cell to evaluate fluid viscosity. A prototype of the device to measure fluid viscosity was constructed and its calibration tests were done to investigate the accuracy of viscosity measurements. It was applied to viscosity measurements of heavy oils in various conditions related to EOR projects. Particular crude oil samples, such as heavy oil dissolving CO₂ gas under high pressure, foamy oil including CO₂ micro-bubbles generated by depressurizing and heavy oil emulsion made by injecting steam, were measured and their viscosity characteristics were studied experimentally. Based on these results, it has been clarified that the present measurement method can be applied to measure the viscosity of various crude oils.

研究分野：総合工学

科研費の分科・細目：地球・資源システム工学

キーワード：資源開発 粘度 重質油 高圧 採油増進

1. 研究開始当初の背景

CO₂ 地中貯留によって全世界の CO₂ 排出削減量の 1/4 ~ 1/3 を担うことが期待される中で、CO₂ 圧入による採油増進 (CO₂-EOR) は CO₂ の油溶解に伴う粘度低下によって原油生産を促進するか、圧入 CO₂ の 50 ~ 60% が油層中に貯留・固定化されることが期待できるため、多くのプロジェクトが計画されている。このとき、高圧下での油層中の原油への CO₂ 溶解量に関わる PVT 試験データとそれに伴う粘度特性の変化に関するデータは不可欠である。また、水蒸気を利用する EOR においては、同じくエマルション化した原油の粘度特性の評価が重要である。それらの相変化特性と粘度特性の測定には、多くの時間と費用を要する。小型で高温・高圧状態の流体粘度の測定システムが開発できれば、試料を PVT セルから移送せずに粘度測定をリアルタイムで同時測定でき、その波及効果は大きい。

2. 研究の目的

一般に 100、2MPa 以上の高温・高圧状態での溶媒ガス-原油系の溶解量と相図が測定され、粘度は外部に連結した落球式あるいは細管式粘度計などによって別途測定される。一般に市販されている粘度計は大気圧条件 (耐圧のものでも 1MPa 程度まで) を想定したものが大半である。CO₂-EOR あるいは水蒸気 EOR などで対象とする高温・高圧条件での粘度測定装置は、耐圧・耐熱構造、高圧シリンジポンプおよび温度制御装置などを含む比較的大型で高価な装置となり、サンプル量も数百 cc 用いて測定される。すなわち、少量の原油試料を使用してリアルタイムに粘度を測定できる装置を開発することで、各種 EOR の生産評価に必要とされる粘度特性を短時間に測定できる。

本研究の目的は、このような高圧・高温条件において粘度を的確に測定できる測定原理を提示し、それを利用した実際の原油の粘度測定することで、その適用性を評価することにある。

3. 研究の方法

本研究では新たにホール素子を用いて流体中の小物体の移動を検出する高温・高圧流体の粘度測定手法を提示し、その方法を実現した粘度測定装置 (図 2) を試作することで、その測定精度の評価を行った。さらに、実際の原油の粘度を測定し、適用性を調べた。

本研究で開発する粘度測定装置は図 1 に示すように、測定対象の流体が充填された小径セルに磁性を持つ小物体を入れた系で実現する。小物体は流体中で下方向に落下させ、その時間間隔を非接触で検出し粘度を測定する、いわゆる落球法に基づいて計測される。このとき、小物体は外部の電磁石によってセル上部に移動した後に試料が充填されている測定セル内を落下し、その落下時間を下部

のホール素子により正確に測定する。これらの一連の測定サイクルによって、時間計測を継続して行う。このとき、高圧・高温用の粘度計とするため、時間測定用のセンサー素子は流体試料と完全に隔離し、小径セル内の試料流体中を移動し、その速度をセル外から非接触で正確に計測する構造になっている。

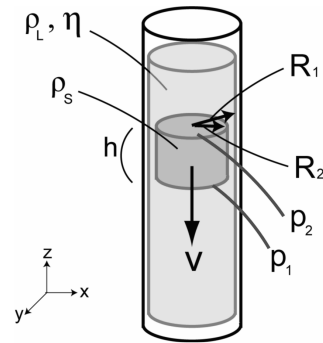


図 1 粘度計測の原理図

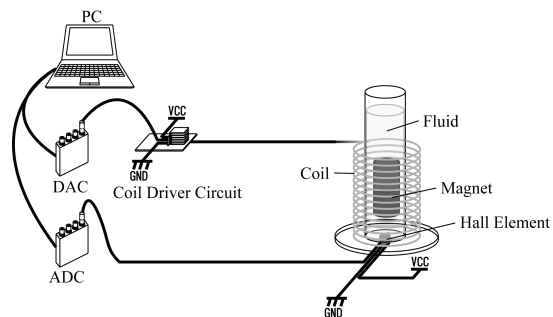


図 2 試作した粘度計測システムの模式図

4. 研究成果

(1) 粘度較正実験

粘度の較正は、標準粘度液を用いて、落下時間と流体粘度との関係式を導出して行った。図 3 は素子による検出電圧波形である。約 0.4[s] から電磁石のコイルに電流を流し、約 5.3[s] に電流を止めたときの波形である。コイルに電流を流すと試験セル内の小物体が浮上しホール素子から遠ざかることがわかる。その後、電流を止めコイルの発生する磁場を無くすと、小物体は試験流体中を落下し、下部に設置した素子に近づくにつれ磁場の変化が大きくなり、その移動速度が計測できる。このとき、底面に近づくとき電圧波形に乱れが生じるので、この乱れが閾値を超える時間までを落下時間として計測できる。図 3 の中の、およびは、それぞれ 0.89、480、950[mPa・s] の流体試料中を小磁石が運動するときの素子の出力電圧を示す。粘度 μ (Pas) が大きくなるにつれ、落下時間 Δt (s) が長くなり、小物体がゆっくりと運動する。図 4 は各試験液体について 20 回計測を行い、粘度 μ (Pas) と落下時間 Δt (s) との関係プロットしたものである。図中の は平均値、エラー

バーは標準偏差を示す。この関係は次式に示す一次関数として表せることが確認された。

$$\mu = 0.0060\Delta\rho \cdot \Delta t + 0.1274$$

ここで、 $\Delta\rho$ は物体密度 ρ_s と流体密度 ρ_L の差を表す。

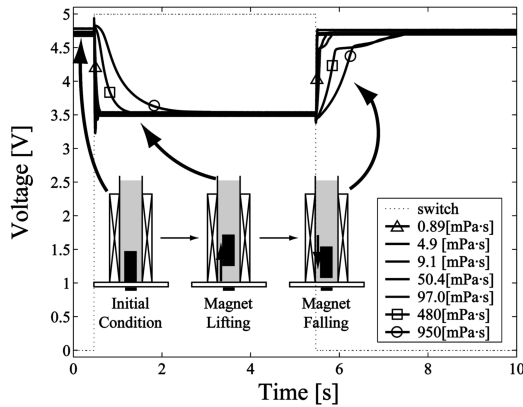


図3 ホール素子の出力電圧

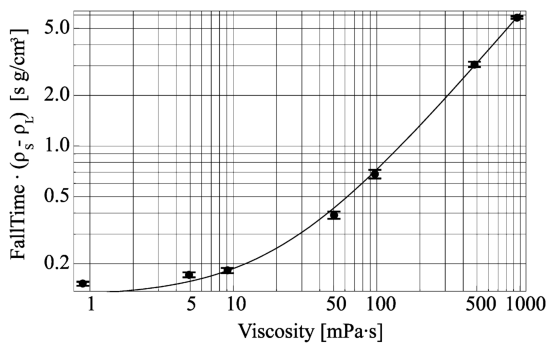


図4 粘度と落下時間との関係

ナビエ・ストークス方程式の解から、レイノルズ数が十分小さいとき、粘度は落下時間及び小物体の密度と流体密度との差に比例する。グラフから、粘度が 10 [mPa·s] 程度以上において計測可能であり、とくに 100 [mPa·s] 以上において誤差の少ない測定ができることがわかった。実験結果から流体中の小物体の移動に関するレイノルズ数を計算した結果 100 [mPa·s] 以上の粘度で 1 以下の層流条件となり、前述した一次関数で表わした関係式と測定結果が一致することを確認した。

(2) 実際の原油試料の測定結果

現在、注目されている重質油の採油増進法の一つである CO₂ および CH₄ ガスを重質油に溶解させた原油試料、CO₂ マイクロバブルが分散したフォーミオイル試料(図 5)および高圧下での油中水滴型のエマルションの各原油試料(図 6)における見かけ粘度を測定し、その粘度の変化特性について実験的に調

べ、本粘度測定法の適用性について調べた。



図5 フォーミオイルの例

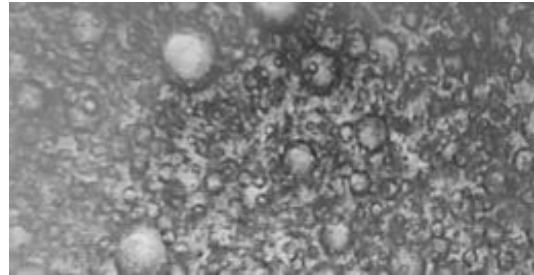


図6 重質油のエマルション試料の例

溶解性ガスである CO₂ や CH₄ を約 6MPa で重質油に溶解させ、その後の減圧によるガス溶出過程での粘度変化の測定を実施し、2種のガス溶解に対し重質油の粘度はいずれにおいても 20% ~ 40% 程度低下するものの、その後の減圧過程では CO₂ の場合だけ見かけ粘度が約 40% 低下し、CH₄ の圧入では元のオリジナルな重質油の粘度に戻る異なった結果が得られた。

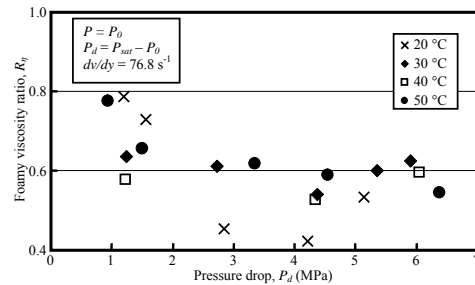


図7 CO₂ 溶解重質油の減圧度に対する生成されたフォーミオイルの粘度低下率

一方、油中水滴型のエマルションを生成させたときには、反対に見かけ粘度が数倍程度まで増加することが示された。図 8 は重質油のエマルションの粘度を水油(W/O)比に対して測定した結果を示す。とくに、本測定装置によって 5MPa での見掛け粘度が測定できている。W/O 比が 60% 程度になると、元の重質油の 2.5 倍の粘度に見かけ粘度が増加することがわかる。

以上のように、試作した新たな粘度計により、種々の高圧環境下にある石油貯留層とくに重質油層における採油増進手法の基礎データとなる粘度変化を測定できることを示

した。

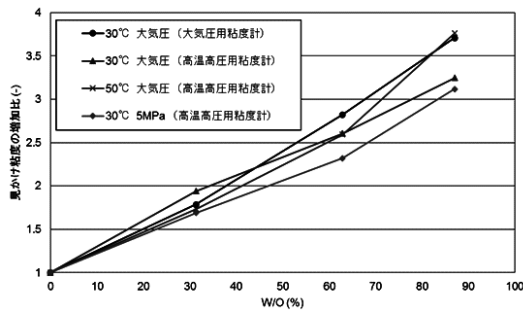


図 8 重質油エマルジョンの水油比に対する粘度の増加比の測定例

以上、試作した本測定装置によって、重質油の粘度変化を測定できることが確認された。また、本粘度測定方式をセンサー型の測定装置として改良した場合の構造を図 9 に示す。今後の研究で実用的な粘度センサーとして開発する予定である。

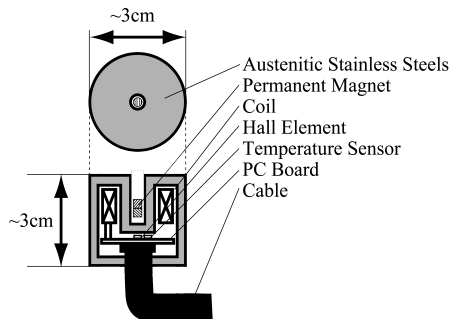


図 9 今後開発を予定している粘度センサー構造図

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 5 件)

江上雄大、佐々木久郎、菅井裕一: 高圧粘度計の開発、平成 25 年度資源・素材学会九州支部春季講演要旨集、査読無、2013、40-42

Takahiro Egami, Kyuro Sasaki, Yuichi Sugai: Development of Rotary Viscometer for Fluids under High Pressure: Measurement of Heavy Oil, Proc. of International Symposium on Earth Science and Technology 2013, 査読無、2013、416-419

Chanmoly Or, Kyuro Sasaki, Yuichi Sugai: CO₂ Gas Solubility and Foam Generation、Proc. of International Conference on Oil、Gas and Petrochemical Engineering (ICOGPE 2014)(Istanbul, Turkey)、査読無、2014、660-663

Chanmoly Or, Kyuro Sasaki, Yuichi

Sugai, Masanori Nakano, Motonao Imai: Experimental Study on Foamy Viscosity by Analyzing CO₂ Micro-Bubbles in Hexadecane、International Journal of Oil、Gas and Coal Engineering、査読有、Vol. 2-2、2014、11-18.

熊坂純平、佐々木久郎、菅井裕一: 平成 26 年度資源・素材学会九州支部若手研究者・技術者の研究発表会・講演要旨集、査読無、2014、50-51

〔学会発表〕(計 4 件)

江上雄大、佐々木久郎、菅井裕一: 高圧粘度計の開発、平成 25 年度資源・素材学会九州支部春季講演会(熊本市)、2013 年 5 月 31 日

江上雄大、Or Chanmoly、佐々木久郎、菅井裕一: 高圧粘度計の開発と重質油の粘度測定、平成 25 年度石油技術協会春季講演会(東京)、2013 年 6 月 27 日

Takahiro Egami, Kyuro Sasaki, Yuichi Sugai: Development of Rotary Viscometer for Fluids under High Pressure: Measurement of Heavy Oil、International Symposium on Earth Science and Technology 2013(福岡市)、2013 年 12 月 3 日

熊坂純平、佐々木久郎、菅井裕一: 平成 26 年度資源・素材学会九州支部若手研究者・技術者の研究発表会(福岡市)、2014 年 5 月 30 日

6. 研究組織

(1) 研究代表者

佐々木 久郎 (SASAKI, Kyuro)

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号: 60178639

(2) 研究分担者

菅井 裕一 (SUGAI, Yuichi)

九州大学・工学研究院・助教

研究者番号: 70333862