文章编号：1000-4092（2021）03-417-05

具有增强力学性能的助破胶微胶囊的制备与性能评价*

朱永杰[1]，赵亚睿[2]，窦姝凡[2]，程 立[1]，廖锐全[1]，李 振[1]

（1. 长江大学中国石油采油采气重点实验室，湖北 武汉 430100；2. 长庆油田第十一采油厂，甘肃 庆阳 745000）

摘要：冻胶阀技术已广泛地应用于欠平衡钻完井作业中，机械钻入和化学破胶相结合为主要的破胶方式，但破胶过程依然存在着周期长和作业成本高等问题，无法满足现场生产需求。通过双乳液法以聚乙烯醇（PVA）为稳定剂溶液、醚类衍生物（EA-1）为壳层对盐酸（HCl）进行包覆，制得助破胶微胶囊。通过扫描电子显微镜分析了微胶囊的微观结构和粒径分布，研究了微胶囊的助破胶性能和缓释性能及其影响因素。结果表明，当使用6.5%的EA-1溶液和2%的PVA稳定剂溶液制备时微胶囊颗粒形态较好，粒径为40～60 μm，载药率约为44.4%。在60 ℃下，该助破胶微胶囊在胶体中充当填料，使冻胶强度提升约64.3%，且使破胶剂破胶效率提升36.7%，破胶时间较未加微胶囊的体系减少三分之一，可大大缩短现场施工周期，提高经济效益。图6表1参23

关键词：带压作业；微胶囊；乳液法；缓释；破胶剂
中图分类号：TE358：TE39 **文献标识码**：A **DOI**：10.19346/j.cnki.1000-4092.2021.03.007

在油气田开采过程中，不压井作业由于可显著降低作业过程中对油气藏的伤害，已被广泛应用于非平衡钻完井、射孔、试油和修井作业中，带来了巨大的经济效益和社会效益。目前，广泛采用的带压堵塞技术分为机械堵塞和化学堵塞。化学堵塞技术由于成本低和堵塞效果好等优点，应用比机械堵塞更加广泛[1-6]。化学堵塞是通过向井口注入一定体积的基础胶液，在井下的温度和压力环境下自行成胶，依靠自身的强度和其与管壁之间的黏附性来封隔井下压力，以达到不压井作业的目的，但化学堵塞的破胶一直是热点问题。目前，国内外普遍的破胶方式为钻头机械破胶和通过钻头向冻胶内部分段注入破胶剂两种方式，两者的破胶周期均较长[7-14]。采用微胶囊包覆破胶剂形成缓释微胶囊可达到缓慢释放破胶剂使弱凝胶自破胶的效果[15-17]，但冻胶由于强度过高，微胶囊所携带的微量破胶剂难以起到氧化破胶的效果，因此考虑使用微胶囊包封有助于破胶的物质，在不影响冻胶强度的条件下与破胶剂共同作用达到加快破胶的效果。黄福芝等[18]以过硫酸铵（APS）为芯材，通过聚二甲基硅氧烷（PDMS）诱导丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物（ABS）成壳对APS进行包封，加入微胶囊的弱凝胶体系与直接加APS体系相比，压裂液表观黏度降低的速率较低，有利于水力压裂工程。Alsmaeil等[19]利用硅基纳米多孔胶囊包覆表面活性剂，硅胶壳保证了表面活性剂在岩心中的稳定性，胶囊在盐水中浸泡12 d后表面活性剂的释放率达到46%。Contreras等[20]利用可渗透聚合物壳包覆水泥添加剂，在不影响泥浆稳定的条件下缓释添加剂，使得稠化时间缩短，且胶囊形成的空气泡在水泥凝块内保持完整，并给水泥凝块带来有益的机械性能。本文使用一种醚类衍生物作为壳层材料对盐酸进行包封，然

* **收稿日期**：2020-12-30；**修回日期**：2021-03-06。
基金项目：国家重大专项“致密油储层压后排采优化与压裂数据库软件研制”（项目编号2016ZX05046004-003），国家自然科学基金“基于Hybrid数据的复杂系统辨识与优化设计及在低渗透油井中的应用”（项目编号 61572084）。
作者简介：朱永杰（1997—），男，长江大学石油与天然气专业在读硕士研究生（2019—），研究方向为油田化学，E-mail：13986934742@163.com。程立（1986—），女，副教授，本文通讯联系人，研究方向为新型凝胶封堵材料的研究，通讯地址：430100 湖北省武汉市蔡甸区长江大学武汉校区石油工程学院，E-mail：chengli_whu@163.com。

后加入凝胶水溶液中，成胶后在内部产生酸性条件与冻胶中的无机填料反应产生气体，破胶时内部微气孔膨胀，增大与破胶剂的接触面积，使破胶剂氧化破胶速率提升，破胶时间缩短，并且微胶囊颗粒分散在凝胶中增强了凝胶的机械性能。通过扫描电子显微镜分析了微胶囊的微观结构和粒径分布，研究了微胶囊的助破胶性能和缓释性能及其影响因素。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

醚类衍生物（EA-1）、聚乙烯醇（PVA）、二氯甲烷、山梨糖醇酐油酸酯（Span-80），分析纯，上海阿拉丁试剂有限公司；盐酸（HCl）、过硫酸铵（APS）、$CaCO_3$，分析纯，国药集团化学试剂有限公司；淀粉，工业级，上海晶纯生化科技有限公司；聚乙烯亚胺（PEI），工业级，湖北麦凯斯精化科技有限责任公司；聚丙烯酰胺（PAM），相对分子质量1.06×10^7，工业级，北京恒聚化工集团有限责任公司；去离子水。

PB-10型pH计，赛多利斯科学仪器（北京）有限公司；HWS28型恒温水浴锅，上海一恒科技仪器有限公司；SU8010型日立超高分辨场发射扫描电子显微镜（SEM），天美（中国）科学仪器有限公司；循环水式真空泵、DF-101S型集热式恒温加热磁力搅拌器，巩义市予华仪器有限公司；JJ-1型电动搅拌器，上海精科仪器有限公司；DHG01型电热恒温烘箱，上虞市沪越仪器设备厂；MD-NJ5型凝胶强度测定仪，临安丰源电子有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 胶囊的制备

配制300 mL 2%的PVA水溶液作为稳定剂，向其中加入25%的浓盐酸，将一定量的EA-1溶解在20 g二氯甲烷中，加入0.7 g Span-80搅拌均匀后，在一定转速下加入4 g浓盐酸搅拌乳化20 min后，将乳液快速滴入搅拌中的PVA水溶液中，封盖搅拌4 h，开盖搅拌5 h将二氯甲烷除去，过滤并用去离子水清洗得白色颗粒，滤液可反复使用，干燥后即得助破胶胶囊。

1.2.2 测试及表征方法

（1）粒径测定。将干燥后的微胶囊颗粒进行喷金处理，使用SEM观察微胶囊的粒径和形态。

（2）载药量的测定。用移液枪向40 mL去离子水中微量多次加入9%的盐酸并测定其pH值，作出pH值与浓盐酸质量分数的关系曲线；配制质量分数为1%的胶囊水溶液，密封后于80 ℃下恒温静置，每隔一定时间测定溶液的pH值，直至pH值不再变化，最终pH值所对应的盐酸的量即微胶囊包封的有效量。按微胶囊内容物的质量与微胶囊总质量的比值计算载药率。

（3）多因素对胶囊释放率影响的测定。分别在40、60、80 ℃下测定1%胶囊水溶液pH值的变化，直至pH值变化不明显。分别测定使用2%、4%和6% PVA水溶液作为稳定剂所制得的胶囊在60 ℃下pH值的变化。用2.1% PAM、0.16% PEI、3%淀粉和1% $CaCO_3$配制PAM/PEI凝胶溶液，测定初始pH值，并将等体积的去离子水调至pH值相近作为对照组。在PAM/PEI凝胶溶液中加入微胶囊，在60 ℃下恒温静置，每隔一定时间测定其pH值，并与对照组进行对比。

1.2.3 胶囊助破胶性能测定

配制PAM/PEI凝胶溶液和加入助破胶胶囊的凝胶溶液，在60 ℃下恒温成胶。成胶后将相同规格的冻胶置于凝胶强度测定仪下方的底座上，使用1 cm^2感压头压迫胶体，测试速度为5 mm/s，固定测试距离最远达到距离底座上方1 cm处，传感器自动锁定载荷（单位N）峰值，记录数据[21-22]。将PAM/PEI凝胶溶液和加入助破胶胶囊的凝胶溶液在60 ℃下静置48 h，加入APS破胶剂溶液进行破胶，记录破胶时间和破胶效果。

2 结果与讨论

2.1 助破胶胶囊的形成和释放机理

通过双乳液法，以溶解EA-1的二氯甲烷溶液作为油相，加入乳化剂后再加入盐酸水溶液作为内层水相，使盐酸水溶液在二氯甲烷中形成稳定的W/O小液滴，然后将该乳液滴入PVA水溶液中，形成W/O/W双重乳液，最后将二氯甲烷挥发除去使EA-1析出将盐酸封包在其中，过滤得到的白色颗粒即为所需胶囊，滤液可重复使用。由于PVA溶于水搅拌时会产生大量泡沫，在将乳液加入PVA溶液中之前必须静置一段时间直至泡沫消失，否则不利于双重乳液的稳定形成和微胶囊的制备。搅拌速度对微

胶囊的形成也有一定影响,搅拌速度过慢会使乳液滴聚集在一起,速度过快会导致乳液滴过小不易与稳定剂分离,经实验验证在搅拌速度为400 r/min时微胶囊的形态最优。溶剂的挥发速度对胶囊的形成也存在一定的影响,当挥发温度为15 ℃时,溶剂挥发速度较慢,在磁力搅拌下乳液滴易被打散为更小的乳液滴,导致生成微胶囊尺寸过小不利于收集,挥发温度为30 ℃时制得的微胶囊最优。微胶囊释放是通过扩散作用将内容物盐酸缓慢地释放到外部,外部的水缓慢进入胶囊内,因此胶囊释放初期的释放速率最快,随后速率缓慢下降。

经测试1%的微胶囊在40 mL去离子水中完全释放后的pH值为3.36,使用移液枪向40 mL去离子水中注入170 μL 9%的盐酸时测得pH值为3.45,则1%的微胶囊中含有约170 μL的盐酸水溶液,经计算得HCl质量为0.178 g,该微胶囊的载药率为44.4%。

2.2　EA-1加量对胶囊粒径的影响

壳材EA-1在油相中的含量对生成胶囊粒径的影响较大,同时对胶囊的形态也有一定程度的影响。如图1所示,当EA-1为二氯甲烷溶剂质量的4.0%时微胶囊粒径较小,主要粒径为3～7 μm,胶囊

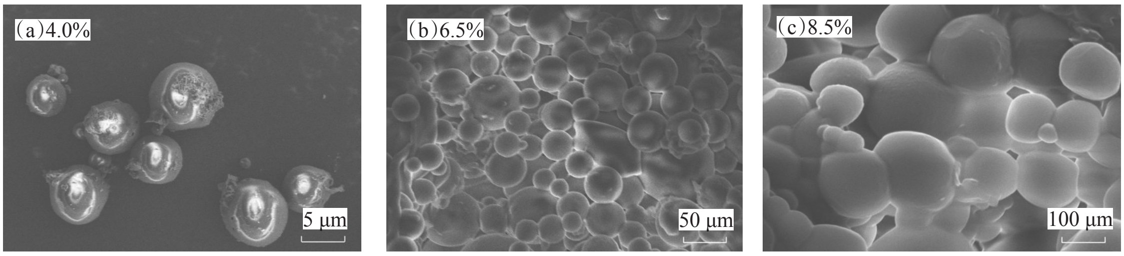

图1　不同EA-1加量下微胶囊的电镜照片

包覆较均匀,但壳层较薄易破裂;EA-1加量为6.5%时,主要粒径为40～60 μm,微胶囊包覆均匀表面光滑;当EA-1加量为8.5%时,微胶囊的粒径大多在100 μm以上,且粘连严重,部分微胶囊包封不完整。由此可见,EA-1加量为6.5%时微胶囊的形态和稳定性最好。

2.3　微胶囊释放速率影响因素分析

2.3.1　温度的影响

配制1%的胶囊水溶液,密封并在40、60、80 ℃下分别测试溶液pH值的变化,去离子水的pH值为6.2～6.4。如图2所示,在胶囊释放初期5 h内pH值

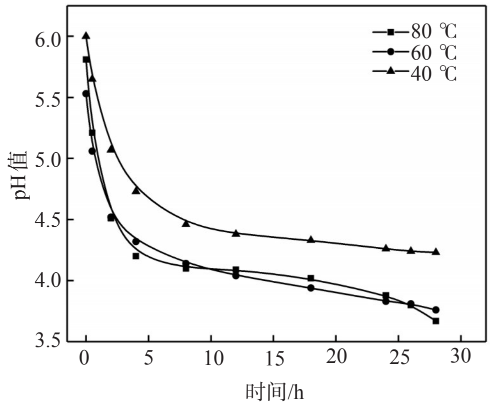

图2　不同温度下1%胶囊水溶液pH值随时间的变化

变化较快,5 h后pH值变化较为平缓;在30 h内,温度为80 ℃时pH值的跨度最大,40 ℃的跨度最小,说明在80 ℃时胶囊的释放速率比40 ℃的快。但80 ℃和60 ℃时的跨度差异较小,前5 h内的pH值变化曲线无明显差异,则该胶囊的释放速率在较低温条件下受温度的影响较大。温度越高,pH值曲线变化速率越快,且变化速率均为先快后慢,即胶囊的释放速率为先快后慢。但当温度高于60 ℃时胶囊的释放速率与温度无明显关系。

2.3.2　PVA水溶液的影响

分别使用2%、4%和6%的PVA水溶液作为稳定剂制备微胶囊。2% PVA溶液制得的微胶囊几乎无粘连现象,4% PVA溶液制备的胶囊有少部分粘连,6% PVA溶液制得的胶囊严重粘连。配制1%的微胶囊水溶液,在60 ℃下测定pH值随时间的变化,结果如图3所示。PVA加量越大,胶囊刚加入时和释放完全后的pH值越高。PVA加量对pH值曲线的变化与释放速度几乎无影响。PVA溶液的浓度越大,体系的黏度越大,导致大量胶囊粘连在一起,被包裹住的内部胶囊无法直接接触外部水溶液将内容物向外部扩散,使大量内部胶囊失去缓释性能。使用2% PVA溶液制得的微胶囊形态较好,内容物释

放较彻底。

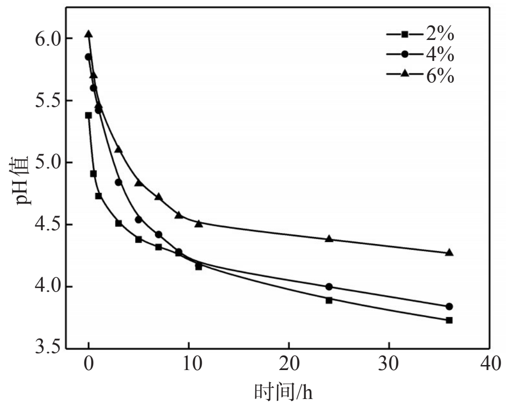

图3 不同加量PVA溶液制得的胶囊水溶液pH值随时间的变化

2.4 微胶囊助破胶性能

用PEI作为交联剂与PAM制备的凝胶为热稳定性好的无流动性凝胶，该体系成胶后的黏度可达10^6 mPa·s。秦义等[23]研究了PAM/PEI凝胶体系成胶时间的影响因素，发现在酸性条件下PEI分子被质子化，失去了与酰胺基团结合的活性，使该体系在酸性条件下无法成胶。因此，为了减小初期微胶囊内容物释放对成胶的影响，微胶囊在凝胶溶液配制完成且搅拌1 h后加入，测得凝胶溶液的pH值为8.22。将去离子水的pH值调至8.03作为对照实验，然后分别加入1%的微胶囊搅拌均匀，60 ℃下测定其pH值变化，结果如图4所示。

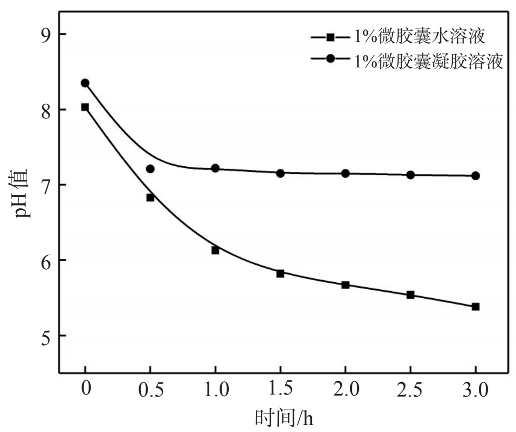

图4 微胶囊凝胶溶液与微胶囊水溶液pH值随时间的变化曲线

微胶囊水溶液的pH值经过36 h后降为4.32，凝胶溶液的pH变为中性后基本稳定，在3 h后已基本成胶。凝胶溶液中的酸析出时与其中的$CaCO_3$反应，大大减缓了胶体pH值的降低，且自由水含量较少，使其对成胶的影响降到最低。由于微胶囊的壳材由疏水的EA-1构成，因此利用其特性将微胶囊铺设在底部，然后将凝胶溶液倒入，略加搅拌后在60 ℃下恒温，5～6 h成胶，微胶囊在凝胶中分散均匀。60 ℃下含微胶囊体系由于胶囊颗粒在凝胶内部与$CaCO_3$共同作为填料，使其强度高于不含微胶囊颗粒的体系。

使用凝胶强度仪测得PAM/PEI凝胶和加入胶囊凝胶的强度，结果如表1所示，成胶后12 h加入微胶囊的体系较未加微胶囊体系强度提升50.0%，24 h后强度进一步增加，微胶囊颗粒使体系强度提升约64.3%且趋于稳定。

表1 60 ℃下加入胶囊与未加胶囊体系的凝胶强度对比

时间/h	载荷/N	
	无胶囊	1%胶囊
12	1.2	1.8
24	1.4	2.3
36	1.3	2.3
48	1.4	2.2

凝胶在60 ℃下稳定48 h后加入APS破胶剂进行破胶。由于体系内含有$CaCO_3$，而APS在水溶液中呈酸性，因此加入破胶剂时胶体产生少量气体。含微胶囊的体系在加入破胶剂时产生的气体较多，且此时微胶囊在凝胶内部释放使内部已呈酸性，大量气体在凝胶内部压缩形成微气孔。加入破胶剂后凝胶强度减弱，胶体在内部压缩气体的作用下膨胀，导致破胶剂与胶体接触面积增大，破胶速度加快，破胶效率提高。在加入破胶剂的2 h内，破胶剂浓度较大，含微胶囊与不含微胶囊体系破胶速度均较快，2 h后破胶剂浓度下降，破胶速度明显降低，但加入胶囊的体系在盐酸的作用下产生气体使胶体膨胀，微胶囊所造孔隙与气体膨胀增大了破胶剂与胶体的接触面积，加快破胶速度。2 h后破胶速度产生明显差别，加入微胶囊的体系可流动胶体的量明显多于未加入微胶囊的体系。加入微胶囊的体系由白色变为淡黄色，这是由于EA-1在高温下理化性质改变导致的缓慢变色。72 h后加入微胶囊的体系已全部破胶为可流动胶体，未加入微胶囊的体系仍然存在20%未破胶为流动态。120 h后未加入微胶

囊的体系几乎完全破胶，则加入助破胶微胶囊的体系破胶效率提升36.7%。

3 结论

通过双乳液法以EA-1为壳层、HCl为芯材，在6.5%的EA-1溶液、2% PVA稳定剂溶液、搅拌速度400 r/min和挥发温度30 ℃的条件下制备了助破胶微胶囊。微胶囊主要粒径分布为40～60 μm，包覆较为均匀，表面光滑，载药率约为44.4%。高温下微胶囊释放速率较快，EA-1溶液和PVA稳定剂溶液的浓度对胶囊的形成影响较大，较高的EA-1和PVA溶液的浓度会使微胶囊粘连而导致内容物的有效释放量减少。在60 ℃下，微胶囊颗粒在胶体中充当填料，与微气孔共同作用使冻胶强度提升约64.3%，该助破胶微胶囊在冻胶内部维持酸性条件，与其中的$CaCO_3$反应生成微气孔增大与破胶剂的接触面积使破胶效率提升36.7%，破胶时间较未加微胶囊的体系减少三分之一，可大大缩短现场施工周期，具有一定的经济效益。

参考文献：

[1] LI Zhiyong, WANG Sunan, TAO Ye, et al. Research and application of the HTHS anti-H_2S gel valve for underbalanced drilling [J]. J Pet Sci Eng, 2018, 164(1): 174-181.

[2] 潘元，程立，廖锐全，等. 一种带压作业化学封堵材料的制备与评价[J]. 油田化学，2019，36(4)：582-586.

[3] 李志勇，马攀，陶冶，等. 用于欠平衡钻井的抗高温高强度冻胶阀及应用[J]. 东北石油大学学报，2015，39(5)：80-85.

[4] 汪瀛，程立，廖锐全，等. 低温带压作业用高强度凝胶性能评价[J]. 油田化学，2019，36(3)：400-404.

[5] JIA Hu, PU Wanfen, ZHAO Jinzhou, et al. Research on the gelation performance of low toxic PEI cross-linking PHPAM gel systems as water shutoff agents in low temperature reservoirs [J]. Ind Eng Chem Res, 2010, 49(20): 9618-9624.

[6] SARWAR M U, CAWIEZEL K E, NASR-EL-DIN H A. Gel degradation studies of oxidative and enzyme breakers to optimize breaker type and concentration for effective break profiles at low and medium temperature ranges [C]//SPE Hydraulic Fracturing Technology Conference. Woodlands, Texas, USA, 2011: 24-26.

[7] 程立，陈畋畋，张慢来，等. 氧化/交联双重改性淀粉冻胶[J]. 石油钻采工艺，2015，37(3)：106-109.

[8] 包慧敏. 氧化破胶剂过硫酸钾的室内评价与安全化处理[D]. 北京：北京化工大学，2017：2-8.

[9] JIA Hu, CHEN Hao, ZHAO Jinzhou. Development of a highly elastic composite gel through novel intercalated crosslinking method for wellbore temporary plugging in high-temperature reservoirs [J]. Soc Pet Eng J, 2020, 25(6): 2853-2866.

[10] 张储桥. 压井用纳米微球及纤维素复合凝胶的制备与性能评价[D]. 北京：中国石油大学(北京)，2018：3-12.

[11] EL-KARSANI K S M, AL-MUNTASHERI G A, SULTAN A S, et al. Gelation of a water-shutoff gel at high pressure and high temperature: Rheological investigation [J]. Soc Pet Eng J, 2015, 20(5): 1103-1112.

[12] 贾虎，陈昊，陈波. 弹性液体胶塞修井防漏机理及应用[J]. 石油学报，2018，39(3)：349-356.

[13] 胡成亮，何丕祥，蒋官澄，等. 修井作业自降解防漏堵漏体系[J]. 石油学报，2016，37(S2)：150-157.

[14] SUN Feifei, LIN Meiqin, DONG Zhaoxia, et al. Nanosilica-induced high mechanical strength of nanocomposite hydrogel for killing fluids [J]. J Colloid Interface Sci, 2015, 458: 45-52.

[15] 沈园园，王在明，朱宽亮，等. 溶胶-凝胶法制备核壳结构的延迟破胶剂[J]. 钻井液与完井液，2020，37(1)：121-126.

[16] ALJABRI N, CHANG Y. Novel nano-capsules for oil field chemicals delivery and slow release [C]//SPE Middle East Oil and Gas Show and Conference. Manama, Bahrain, 2019: 18-21.

[17] ROY P, WALSH S D C, FRANE W L D, et al. Fabrication and transport of double emulsion microcapsules for applications in unconventional resources [C]//SPE Unconventional Resources Technology Conference. San Antonio, Texas, USA, 2015: 20-22.

[18] 黄福芝，周倩. 诱导聚结法过硫酸铵缓释微胶囊的制备[J]. 化工进展，2018，37(8)：3076-3085.

[19] ALSMAEIL A, ENOTIADIS A, HAMMAMI M A, et al. Slow release of surfactant utilizing silica nanosized capsules [C]//International Petroleum Technology Conference. Dhahran, Kingdom of Saudi Arabia, 2020: 13-15.

[20] CONTRERAS E Q, JOHNSON K D, RASNER D, et al. Engineered vesicles for the controlled release of chemical additives and application for enhanced oil well cement integrity [C]//SPE International Conference on Oilfield Chemistry. Galveston, Texas, USA, 2019: 8-9.

[21] 鲁晓华，程立，廖锐全，等. 新型冻胶封隔材料的制备及性能[J]. 油田化学，2017，34(4)：576-580.

[22] 朱涛. 恶性漏失堵漏用特种凝胶评价方法研究[D]. 成都：西南石油大学，2014：33-37.

[23] 秦义，石峥，刘玉莉，等. PAM/PEI凝胶成胶时间影响因素分析[J]. 现代化工，2017，37(9)：95-98.

（下转第463页。to be continued on p.463）

Experimental Study on Polyhydroxy Bis-quaternary Ammonium Salt Molecular Deposition Film Oil Displacement

WANG Rui[1], ZENG Meiting[2], HE Long[3], HUANG Xueli[2], LIU Yaoyu[3], LI Zhou[1]

（*1. Research Institute of Petroleum Technology and Engineering, Henan Oilfield Branch Company, Sinopec, Zhengzhou, Henan 473000, P R of China; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Xinjiang University, Urumqi, Xinjiang 830000, P R of China; 3. Northwest Oilfield Branch Company, Sinopec, Urumqi, Xinjiang 830000, P R of China*）

Abstract: As a new nano material oil displacement system, molecular deposition filming flooding agent (MDFFA) can effectively improve oil displacement efficiency. In this paper, trihydroxymethyl aminomethane, epichlorohydrin and triethylamine were selected as raw materials to synthesize a single molecular biquaternium salt system for molecular deposition film oil displacement. The viscosity, cation degree, surface tension and contact angle of MDFFA were measured, and the oil displacement effect was evaluated by dynamic flooding test. The results showed that MDFFA had stable performance, and the viscosity of the system was about 1.11 mPa·s. When the concentration was 800 mg/L, the cation degree reached up to 71.73%, and the adsorption performance on the surface of sandstone was the best. MDFFA could change the wettability of the oil-wet surface slide, the connect angle being of 98.70°, to the weak oil-wet, the connect angle being of 85.31°, and made the water-wet surface slide, the connect angle being of 58.1°, more hydrophilic, the connect angle being 45.58°. MDFFA could displace the crude oil that could not be produced by water flooding. After water flooding was converted to molecular deposition flooding, the displacement efficiency increased from 42.55% to 48.29%, while after molecular deposition flooding directly, the displacement efficiency reached up to 54.81%. Compared with molecular film flooding after water flooding, direct molecular film flooding could enhance higher oil recovery.

Keywords: *molecular deposition filming*; *oil displacement*; *wettability*; *sandstone formation*; *enhanced oil recovery*

（上接第421页。continued from p.421）

Preparation and Performance Evaluation of Auxiliary Gel Breaking Microcapsule with Enhanced Mechanical Property

ZHU Yongjie[1], ZHAO Yarui[2], DOU Shufan[2], CHENG Li[1], LIAO Ruiquan[1], LI Zhen[1]

（*1. Key Laboratory of CNPC for Oil and Gas Production, Yangtze University, Wuhan, Hubei 430100, P R of China; 2. No.11 Oil Production Plant, Changqing Oilfield Company, Qinyang, Gansu 745000, P R of China*）

Abstract: Gel valve technology has been widely used in underbalanced drilling and completion operations. At present, the combination of mechanical drilling and chemical breaking is the main way of breaking gel, but the process of breaking gel still has the problems of long cycle and high operating cost, which cannot meet the requirements of on-site production. The auxiliary gel breaking microcapsule was prepared by double emulsion method using polyvinyl alcohol (PVA) as the stabilizer solution and ether analogue (EA-1) as the shell layer to cover hydrochloric acid (HCl). The microstructure and particle size distribution of the product were analyzed by scanning electron microscope. The properties of gel breaking aid and slow release of microcapsules and their influencing factors were studied. The results showed that when the microcapsule was prepared with 6.5% EA-1 solution and 2% PVA stabilizer solution, the morphology of microcapsule was desired, the particle size ranged from 40 to 60 μm, and the drug loading rate was approximately 44.4%. At 60 ℃, the auxiliary gel breaking microcapsule acted as a filler in the gel, which increased the gel strength by 64.3% and the gel breaking efficiency of gel breaker by 36.7%. Compared with the system without microcapsule, the gel breaking time was reduced by 1/3, which greatly shortened the field construction period and improved economic benefit.

Keywords: *pressure operation*; *microcapsule*; *emulsion method*; *slow release*; *gel breaking agent*