

文章编号:1000-4092(2022)01-011-05

## 聚合物微球降滤失剂的制备及性能评价\*

刘云<sup>1</sup>, 王宁<sup>2</sup>, 张文哲<sup>3</sup>

(1. 延长油田股份有限公司勘探开发技术研究中心, 陕西 延安 716000; 2. 西安石油大学石油工程学院, 陕西 西安 710065; 3. 陕西延长石油集团股份有限公司研究院, 陕西 西安 710018)

**摘要:**针对现有降滤失剂在高温高矿化度环境下失效等问题, 选择具有苯环结构和磺酸基团的对苯乙烯磺酸钠、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸及丙烯酰胺等水溶性单体, 以失水山梨醇酯脂肪酸酯(Span 80)、聚氧乙烯山梨醇酯单硬脂酸酯(Tween 60)和液体石蜡为油相, 采用反相乳液法制备聚合物微球。通过红外光谱仪、热重分析仪、激光粒度仪和扫描电子显微镜等对产物进行表征, 研究了微球的溶胀性能、抗盐性能、老化性能、耐温性能和在岩心中的封堵性能。结果表明, 聚合物微球具有光滑的球型外貌, 粒径为2.82~10.26  $\mu\text{m}$ , 在270  $^{\circ}\text{C}$ 开始热分解。微球在达到溶胀平衡后溶胀接近5倍, 在高矿化度和高温环境中表现出良好的降滤失性能, 抗老化性能良好。在岩心中的封堵降滤失效果较好, 微球在大孔隙聚集并有效封堵。

**关键词:** 聚合物微球; 降滤失剂; 封堵性能; 高温; 高矿化度

**文献标识码:** A **DOI:** 10.19346/j.cnki.1000-4092.2022.01.003

**中图分类号:** TE254<sup>+</sup>.4

**开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



由于钻井液的滤失常常会引起地层中的黏土膨胀进而引发井壁失稳, 增加作业周期和成本<sup>[1-2]</sup>, 在钻井工程中降低钻井液向地层滤失是一项重要的任务。常规的降滤失剂主要包括天然大分子和人工合成聚合物。常用的天然大分子类降滤失剂包括改性淀粉类、改性木质素类<sup>[3]</sup>; 合成聚合物降滤失剂效果明显, 应用范围广<sup>[4-5]</sup>。随着国内钻井向深层、超深层地层不断发展, 常遭遇高温高压地层环境或高矿化度地层环境<sup>[6-8]</sup>。另外, 当钻遇裂缝发育的地层时, 若不能及时有效地减少滤失量并形成致密坚韧的泥饼, 将极易引发储层污染和井壁不稳定<sup>[9]</sup>。传统的降滤失剂在高温高矿化度的地层环境下常发生降解, 若降滤失剂与裂缝的配伍性不好, 会导致封堵降滤失失效<sup>[10-11]</sup>。因此, 具有耐高温老

化、抗高矿化度和粒子尺度可控的降滤失剂一直是研究的热点<sup>[12]</sup>。

聚合物微球具有粒径分布可控、制备方法简单、成本低和强度高等特点, 在钻井液应用中的前景广阔<sup>[13-18]</sup>。聚合物微球可以通过吸附、堆积和填充等方式实现降滤失<sup>[19]</sup>。笔者从分子设计的角度出发, 充分利用微球的这一优良性能, 选择对苯乙烯磺酸钠和2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸等具有苯环结构和磺酸基团的单体, 以提高降滤失剂的抗盐性、老化性和调控微球在高矿化度地层水的溶胀性。单体组合中的磺酸基和胺基可以和黏土形成氢键<sup>[20]</sup>, 在实现封堵降滤失的同时减少黏土的运移。通过引入交联剂使产物形成空间交联的大分子结构进一步增加热稳定性。本文利用反向乳液

\* 收稿日期: 2021-03-03; 修回日期: 2021-07-07。

**基金项目:** 国家科技重大专项“延安地区陆相页岩气勘探开发关键技术”(项目编号2017ZX05039-003), 延长石油集团项目“延长西部油田钻井防漏堵漏技术研究与应用”(项目编号ycsy2017ky-B-08)。

**作者简介:** 刘云(1984—), 男, 工程师, 西安石油大学地质工程专业工程硕士(2014), 从事钻完井工程方面的研究, 通讯地址: 716000 陕西省延安市宝塔区李渠镇延长油田股份有限公司研究中心, E-mail: liuyun211321@163.com。

法合成了一种具有热稳定性的聚合物微球,评价了聚合物微球的性能。

## 1 实验部分

### 1.1 材料与仪器

丙烯酰胺(AM)、过硫酸钾(KPS)、氢氧化钠(NaOH)、氯化钙( $\text{CaCl}_2$ ),分析纯,聚氧乙烯山梨醇酐单硬脂酸酯(Tween 60)、液体石蜡,化学纯,天津光复精细化工研究所;对苯乙烯磺酸钠(SSS),分析纯,上海麦克林生化科技有限公司;2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(AMPS)、*N,N*-亚甲基双丙烯酰胺(MBA),分析纯,失水山梨糖醇脂肪酸酯(Span 80),化学纯,天津福晨化学试剂厂;两性离子聚合物降滤失剂JT-888,河南省辉县市航天化工一厂;乙醇,分析纯,北京化工厂;NaCl,分析纯,国药集团化学试剂有限公司;膨润土,工业级,芜湖硕华新材料科技有限公司;延长油田某区块地层水, $\text{CaCl}_2$ 型,离子组成以 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ 为主,其次为 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ ,其他离子含量较低,矿化度约为16 g/L;去离子水;天然岩心,长度分别为9.764、9.782 cm,直径均为2.506 cm,气测渗透率分别为 $126.5 \times 10^{-3}$ 、 $123.9 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ ,孔隙度分别为22.1%、21.8%。

ZNN-D6六速旋转黏度计,青岛恒泰达机电设备有限公司;Quanta 200F场发射扫描电子显微镜(SEM),美国FEI公司;FTS-3000型傅里叶红外光谱仪,德国布鲁克公司;马尔文Zetasizer Nano-ZS粒度仪,英国马尔文仪器有限公司;TG209F3型热分析仪,德国耐驰公司;KC-GS500高温高压滤失仪,肯测仪器(上海)有限公司。

### 1.2 实验方法

#### (1) 聚合物微球的制备

将AM、SSS和AMPS(质量比14:1:5)和一定量的MBA在去离子水中溶解,用NaOH稀溶液将pH值调至7。将Span 80和Tween 60在液体石蜡(质量比11:9:50)中充分搅拌混和均匀。在搅拌下将水相混合溶液缓慢滴入油相中,通入氮气1 h,加入1%引发剂过硫酸钾,在75 °C下反应9 h,用乙醇破乳,得到白色粉状固体。

#### (2) 聚合物微球表征

将聚合物微球样品在60 °C下烘干3 h后,取少量于导电胶上,喷金后进行扫描电子显微镜测试。

将少量样品在乙醇中超声分散,取大约5 mL放入样品池中进行粒径分析测试,反复测定3次后取平均值。把样品置于70 °C真空干燥箱中烘干5 h后进行红外测试,测试波长范围为4000~500  $\text{cm}^{-1}$ ,分辨率为4  $\text{cm}^{-1}$ 。热重分析测试中的升温速度为10 °C/min, $\text{N}_2$ 气氛,测试温度为50~700 °C。

#### (3) 溶胀性能评价

将质量为 $m_0$ 的聚合物微球样品用滤纸袋包裹,置于去离子水中自然吸水溶胀一段时间,取出悬挂晾干,称量( $m_1$ )。每个样品重复测试3次,求其平均值。按式(1)计算聚合物微球的溶胀比( $R$ ):

$$R = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100\% \quad (1)$$

#### (4) 钻井液的制备与性能评价

取延长油田某区块现场所用的钻井液膨润土基浆作为基础浆液,在实验前将一定量的微球样品分散于基础浆液中,作为实验用样品浆液。在分析聚合物微球高温稳定性时,将浆液在150 °C下加热16 h后进行滤失量测试。用高搅杯取适量浆液加入3%~7% NaCl和1%~5%  $\text{CaCl}_2$ 并高速(400 r/min)搅拌20 min,通过测量滤失量来评价钻井液的抗盐污染能力。将微球样品分散在去离子水中,在150 °C下热滚一定时间后测定滤失量,研究老化时间对滤失量的影响。

#### (5) 岩心驱替实验

将岩心烘干12 h,称量干重;抽真空8 h并饱和地层水,称其湿重并计算孔隙体积和孔隙度;将岩心置于岩心夹持器中,设定围压5 MPa、恒温箱温度80 °C,老化12 h以上;以恒流模式向岩心分别注入含有微球的基浆和不含微球的基浆,静置24 h;设定不同的驱替压差(0.5~3.0 MPa),记录出口端出液后25 min的滤失量。实验结束后对岩心中间部分进行切片、喷金并在扫描电子显微镜下观察。

## 2 结果与讨论

### 2.1 聚合物的表征

#### 2.1.1 表面形貌和粒径

由图1(a)可见,聚合物微球为规整的球型,表面光滑,粒径为1.85~8.56  $\mu\text{m}$ 。由图1(b)可见,微球的粒径分布曲线仅在5.6  $\mu\text{m}$ 处存在一个单峰,且粒径主要集中在2.82~10.26  $\mu\text{m}$ 范围,粒径分布比较集中。

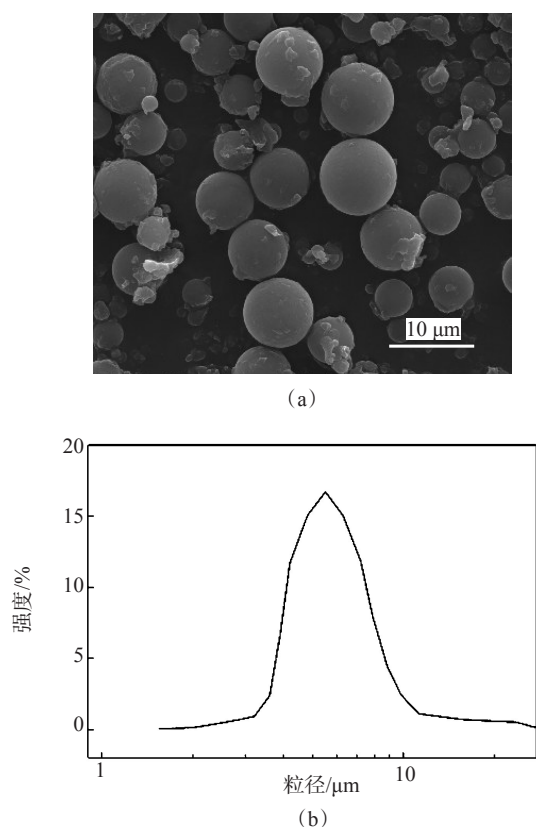


图1 微球的微观形貌(a)和粒径分布曲线(b)

### 2.1.2 红外光谱分析

红外光谱图(图2)中,  $3438\text{ cm}^{-1}$  为AM中N—H的特征吸收峰;  $3199\text{ cm}^{-1}$  为苯环C—H键的伸缩振动峰;  $2959\text{ cm}^{-1}$  为—CH<sub>3</sub>的不对称伸缩振动峰;  $2880\text{ cm}^{-1}$  为—CH<sub>2</sub>—的伸缩振动峰;  $1750\text{ cm}^{-1}$  为AM中C=O伸缩振动特征峰;  $1463\text{ cm}^{-1}$  为AM和AMPS中C—N键的特征峰;  $1091$ 、 $1223\text{ cm}^{-1}$  为磺酸基的对称和不对称振动吸收峰;  $781\text{ cm}^{-1}$  为苯环的吸收峰;  $734\text{ cm}^{-1}$  为C—S的伸缩振动峰。此外,在  $1650\sim 1620\text{ cm}^{-1}$  未出现C=C伸缩振动峰<sup>[21-22]</sup>。以上特征峰信息表明聚合物微球已成功制备。

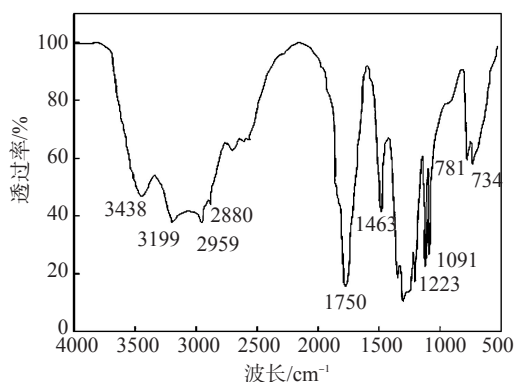


图2 聚合物微球的红外光谱图

### 2.1.3 热稳定性

聚合物微球的热分解性能随加热温度的变化如图3所示。由图3可见,聚合物微球呈现4阶段的降解过程。从  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  至  $270\text{ }^{\circ}\text{C}$  为第1阶段,质量损失约13%,主要由于样品吸附水和分子间水分的蒸发。从  $270\text{ }^{\circ}\text{C}$  至  $390\text{ }^{\circ}\text{C}$  为第2阶段,质量损失约17%,来源于分子酰胺基团的热分解。从  $390\text{ }^{\circ}\text{C}$  至  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  为第3阶段,质量损失约30%。聚合物微球在这个温度范围内的分解速率较快,主要发生分子主链的分解。高于  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  阶段,质量损失约5%,主要是残余成分的进一步分解。热分解测试结果表明,聚合物微球具有良好的热稳定性。

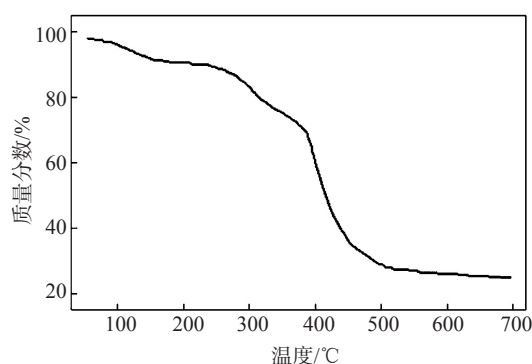


图3 聚合物微球热分解曲线

## 2.2 聚合物微球性能评价

### 2.2.1 溶胀性

在钻井过程中降滤失剂随钻井液循环,其在水环境中的溶胀性与降滤失性能有着密切的关系。溶胀时间对聚合物微球溶胀性能的影响如表1所示。随着溶胀时间的增加,聚合物微球溶胀比先快速增加,而后增长趋势逐渐放缓,溶胀50 h左右达到溶胀平衡,溶胀比为516%。这表明,在钻井基浆注入过程中,溶胀时间较短时,聚合物微球膨胀变化较小,粒径仍处于  $1\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ ,可以进入裂缝或孔道的深处对小尺度裂缝或孔道进行封堵;随着溶胀时间增加,粒径越来越大,不易再进入裂缝深处,但可在距离井筒更近的位置封堵。而之前早已进入裂缝深处的微球可以实现对不同尺寸裂缝的封堵。利用溶胀时间的不同可以在空间上形成选择性封堵,同时满足了封堵能力的要求,使封堵更加有效,形成的滤饼更加致密,降滤失效果越明显。

表1 聚合物微球溶胀性能随时间的变化

| 溶胀时间/h | 溶胀比/% | 溶胀时间/h | 溶胀比/% |
|--------|-------|--------|-------|
| 0      | 0     | 30.0   | 460   |
| 5.0    | 151   | 35.0   | 483   |
| 10.0   | 252   | 40.0   | 492   |
| 15.0   | 329   | 45.0   | 501   |
| 20.0   | 378   | 50.0   | 516   |
| 25.0   | 432   |        |       |

## 2.2.2 抗盐性

盐( $\text{NaCl}$ 、 $\text{CaCl}_2$ )对聚合物微球基浆滤失性能的影响如表2所示。随着盐加量的增大,其表观黏度( $AV$ )、塑性黏度( $PV$ )和屈服值( $YP$ )均有不同程度的降低,滤失量( $FL$ )逐渐增加。在相同条件下,二价 $\text{Ca}^{2+}$ 对滤失量的影响大于一价 $\text{Na}^+$ ,滤失量的最大增幅分别为20.4%和10.6%。由于磺酸基团和苯环结构减缓了对聚合物微球双电层的压缩<sup>[23-24]</sup>,因此聚合物微球表现出良好的抗盐性能。

表2 盐溶液对聚合物微球基浆滤失性能的影响

| 盐加量                | $AV/(\text{mPa}\cdot\text{s})$ | $PV/(\text{mPa}\cdot\text{s})$ | $YP/\text{Pa}$ | $FL/\text{mL}$ |
|--------------------|--------------------------------|--------------------------------|----------------|----------------|
| 无                  | 37.2                           | 26.0                           | 5.72           | 13.2           |
| 3% $\text{NaCl}$   | 36.3                           | 24.0                           | 6.29           | 13.8           |
| 5% $\text{NaCl}$   | 38.7                           | 25.5                           | 6.75           | 14.0           |
| 7% $\text{NaCl}$   | 32.7                           | 24.5                           | 4.19           | 14.6           |
| 1% $\text{CaCl}_2$ | 36.2                           | 27.0                           | 4.70           | 13.7           |
| 3% $\text{CaCl}_2$ | 25.8                           | 20.0                           | 2.96           | 15.2           |
| 5% $\text{CaCl}_2$ | 22.4                           | 17.0                           | 2.76           | 15.9           |

## 2.2.3 抗老化性能

将3.5%聚合物微球分散在去离子水中,老化时间对体系滤失量的影响如表3所示。随着老化时间的增加,滤失量由最初的10.50 mL逐渐增加到25 h后的14.52 mL,滤失量曲线呈现先快速增加后逐渐稳定的趋势。从第15 h至第25 h内滤失量增加0.58 mL,增长率为4.16%。在相同实验条件下与常用两性离子聚合物降滤失剂JT-888对比,在老化初期(0~10 h),JT-888的滤失量均小于聚合物微球的滤失量;但随着老化时间的增加,其滤失量逐渐增加,并大于聚合物微球的滤失量。由此可见,聚合物微球具有良好的抗老化性能,可以保证钻井液在循环过程中的稳定性。

表3 老化时间对滤失量的影响

| 降滤失剂   | 不同老化时间(h)下的 $FL/\text{mL}$ |       |       |       |       |       |
|--------|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|        | 0                          | 5.0   | 10.0  | 15.0  | 20.0  | 25.0  |
| 微球     | 10.50                      | 11.51 | 12.87 | 13.94 | 14.38 | 14.52 |
| JT-888 | 9.81                       | 10.86 | 12.56 | 14.02 | 14.85 | 15.03 |

## 2.2.4 耐温性

在钻井液基浆中加入2%聚合物微球,钻井液在常温和150℃下的滤失性能如表4所示。对比加入微球前后钻井液的流变参数可见,聚合物微球对原有钻井液体系的影响较小。加入聚合物微球后,钻井液的滤失量较加入前大幅降低。原有钻井液基浆经高温处理后,滤失量由常温下的17.9 mL增至27.4 mL,滤失量明显增加。加入2%微球并进行热处理后,滤失量由未加微球的27.4 mL降至18.2 mL。由于微球中的苯环空间结构阻碍了大分子的热分解,同时由于交联剂MBA所形成的复杂的空间网状结构,有利于分子结构的稳定,使钻井液基浆具有良好的耐温性。在相同实验条件下与JT-888滤失剂进行对比,加入聚合物微球的基浆的滤失量比加入JT-888的滤失量低,说明在高温条件下,聚合物微球的降滤失性能更好。

表4 温度和聚合物微球对钻井液滤失性能的影响

| 降滤失剂      | 温度 | $AV/(\text{mPa}\cdot\text{s})$ | $PV/(\text{mPa}\cdot\text{s})$ | $YP/\text{Pa}$ | $FL/\text{mL}$ |
|-----------|----|--------------------------------|--------------------------------|----------------|----------------|
| 0         | 常温 | 52.5                           | 32.0                           | 10.5           | 17.9           |
| 2%微球      | 常温 | 51.0                           | 33.0                           | 9.2            | 10.4           |
| 0         | 高温 | 38.5                           | 29.0                           | 4.9            | 27.4           |
| 2%微球      | 高温 | 43.0                           | 27.0                           | 8.2            | 18.2           |
| 2% JT-888 | 高温 | 40.2                           | 25.3                           | 7.6            | 20.5           |

## 2.2.5 封堵性能

将0.3 PV不含微球的基浆和含有微球的基浆分别注入两块物性相近的天然岩心中,通过压差的变化分析微球的封堵能力。在不同压差下漏失25 min的滤失量如表5所示。随着压差的增加,含有微球基浆的滤失量上升更加缓慢平稳,起到了良好的封堵降滤失效果,可见随着聚合物微球在岩心中的吸水膨胀逐渐封堵岩石孔隙,使其传递压力能力下降。为了进一步验证聚合物微球在岩心中的封堵作用,将实验后的岩心中部位进行切片处理,然后通过SEM观察微球在孔隙的分布,结果如图4所

表 5 在不同压差下钻井液漏失 25 min 的滤失量

| 压差/<br>MPa | FL/mL |         | 压差/<br>MPa | FL/mL |         |
|------------|-------|---------|------------|-------|---------|
|            | 基浆    | 基浆+2%微球 |            | 基浆    | 基浆+2%微球 |
| 0.5        | 18.6  | 13.2    | 2.5        | 22.7  | 16.3    |
| 1.0        | 19.8  | 12.7    | 3.0        | 22.9  | 16.7    |
| 1.5        | 19.6  | 14.7    | 3.5        | 24.6  | 18.8    |
| 2.0        | 21.5  | 15.7    |            |       |         |

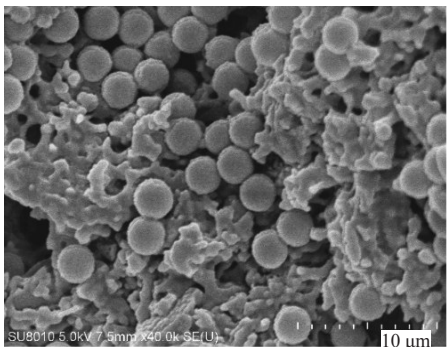


图 4 聚合物微球在岩心中的分布

示。微球在岩心的不同孔隙中均以分散状态存在,在大孔隙中呈现数量多、分布广的聚集状态,说明微球在孔隙中具有选择性封堵效果,并通过溶胀-变形-聚集,深入岩心的中后部分,有效地封堵岩石中的孔隙,进而达到降滤失效果。

### 3 结论

以水溶性单体(SSS、AMPS 和 AM)为水相,以 Span 80、Tween 60 和液体石蜡为油相,采用反相乳液法合成聚合物微球。微球具有光滑的球型外貌,粒径为 2.82~10.26 μm,在 270 °C 开始发生热分解。

聚合物微球在溶胀平衡时的溶胀比约为溶胀前的 5 倍;其不同浓度盐溶液中仍保持较低的滤失量。聚合物微球的抗老化性和耐温性较好,可在岩心大孔隙处聚集并有效封堵,降低滤失量。

#### 参考文献:

[1] 鄢捷年. 钻井液工艺学[M]. 北京:石油大学出版社, 2001: 88-112.

[2] 蒋官澄, 贺垠博, 黄贤斌, 等. 基于超分子技术的高密度无黏土油基钻井液体系[J]. 石油勘探与开发, 2016, 43(1): 131-135.

[3] 姚如钢, 张振华, 彭春耀, 等. 钻井液滤失造壁性能评价方法研究现状[J]. 钻井液与完井液, 2016, 33(6): 1-9.

[4] 马喜平, 李俊辰, 周有祯, 等. 两性离子聚合物降滤失剂的合

成及评价[J]. 石油化工, 2020, 49(1): 75-82.

[5] 周长虹, 崔茂荣, 蒋大林, 等. 国内水溶性钻井液降滤失剂的研究与应用[J]. 精细石油化工, 2006, 23(5): 1-5.

[6] BAI X D, YANG Y, XIAO D Y, et al. Synthesis, characterization, and performance evaluation of the AM/AMPS/DMDAAC/SSS quadripolymer as a fluid loss additive for water-based drilling fluid [J]. J Appl Polym Sci, 2014, 132(14): 1-9.

[7] 韩烈祥. 川渝地区超深井钻完井技术新进展[J]. 石油钻采工艺, 2019, 41(5): 555-561.

[8] 孙金声, 黄贤斌, 蒋官澄, 等. 无土相油基钻井液关键处理剂研制及体系性能评价[J]. 石油勘探与开发, 2018, 45(4): 713-718.

[9] MA X P, ZHU Z X, SHI W, et al. Synthesis and application of a novel betaine-type copolymer as fluid loss additive for water-based drilling fluid [J]. Colloid Polym Sci, 2017, 295(1): 53-66.

[10] 田圆芳, 陶丹阳, 杜文浩, 等. 基于聚合物微球的复合降滤失剂的制备与性能评价[J]. 油田化学, 2020, 37(4): 594-597.

[11] 罗霄, 蒲晓林, 都伟超, 等. 抗温耐盐有机硅降滤失剂制备与性能研究[J]. 化工新型材料, 2017, 45(8): 138-143.

[12] HUANG Y M, ZHANG D Y, ZHENG W L. Synthetic copolymer (AM/AMPS/DMDAAC/SSS) as rheology modifier and fluid loss additive at HTHP for water-based drilling fluids [J]. J Appl Polym Sci, 2019, 136(30): 1-15.

[13] 董殿权, 房超. PMMA 纳米微球的制备与表征[J]. 化工新型材料, 2017, 45(9): 68-70.

[14] 景岷嘉, 曾婷, 王江南. 聚合物纳米微球的制备及性能表征[J]. 精细石油化工进展, 2020, 21(4): 18-21.

[15] 王伟吉, 邱正松, 黄维安. 纳米聚合物微球封堵剂的制备及特性[J]. 钻井液与完井液, 2016, 33(1): 33-36.

[16] 陈帅. 抗高温抗盐水基钻井液用降滤失剂研究[D]. 北京: 中国石油大学, 2017: 15-26.

[17] 乔营, 李烁, 赵丽丽, 等. 反相乳液法 PAM 微球堵水调剖剂的研究[J]. 化工新型材料, 2015, 43(11): 117-119.

[18] 董明涛, 张康卫, 刘刚, 等. 耐温抗盐型聚合物微球凝胶体系的制备及性能评价[J]. 油田化学, 2019, 36(3): 405-410.

[19] 项营, 王玺, 蒋官澄, 等. 反相乳液聚合合成凝胶微球及其封堵性能评价[J]. 钻井液与完井液, 2020, 37(3): 275-281.

[20] GREESH N, HARTMANN P C, CLOETE V, et al. Adsorption of 2-acrylamido-2-methyl-1-propanesulfonic acid (AMPS) and related compounds onto montmorillonite clay [J]. J Colloid Interface Sci, 2008, 319(1): 2-11.

[21] 任晗, 罗霄, 罗跃, 等. 微交联聚合物降滤失剂的合成与性能[J]. 合成化学, 2019, 27(8): 594-599.

[22] 李琼. 钻井液用抗温抗盐润滑降滤失剂研究[J]. 能源化工, 2020, 41(4): 55-60.

(下转第 27 页。to be continued on p.27)

### Research on the Reusable Water-based Fracturing Fluid

WANG Manxue<sup>1</sup>, HE Jing<sup>2</sup>, WEI Hailong<sup>1</sup>, ZHANG Tingting<sup>1</sup>, WEI Jun<sup>1</sup>

(1. College of Chemistry & Chemical Engineering, Xi'an Shiyou University, Xi'an, Shaanxi 710065, P R of China; 2. Research Institute of Shaanxi Yanchang Petroleum (Group) Ltd., Xi'an, Shaanxi 710075, P R of China)

**Abstract:** In view of the current low efficiency of reuse of water-based fracturing flowback fluid, A reusable water-based fracturing fluid RFrac-H was prepared used a hydrophobic associative polymer BT1218 as a thickener, and dodecylbenzenesulfonate and triethanolamine as a viscosity accelerator FJ-1, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> as pH regulator, KCl as clay anti-swelling agent, sulfamic acid and persulfate as composite breaker, and RFrac-H gel breaker was also used to prepare new fracturing fluid, and the temperature resistance, shear resistance and gel breaking performance of the fracturing fluid were evaluated. Experiments results showed that when the temperature rose from 30 °C to 120 °C, the viscosity of RFrac-H fracturing fluid, composed of 0.4% BT1218+0.1% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>+0.5%KCl+0.30% FJ-1, was greater than 50 mPa·s at the shear rate of 170 s<sup>-1</sup>; the viscosity of the above fracturing fluid was greater than 40 mPa·s after continuous shearing for 60 min at the temperature of 100°C and at the shear rate of 170 s<sup>-1</sup>, and its static settlement velocity of suspended sand was 0.0214 cm/s. After breaking, the viscosity of the breaker fluid was 2.51 mPa·s, the surface tension was 24.4 mN/m, the interfacial tension was 0.282 mN/m, and the clay anti-swelling rate was greater than 80%. The performance of the fracturing fluid prepared by RFrac-H breaker fully met the requirements of fracturing fluid performance indicators, and the breaker fluid could be reused several times, which could reduce the cost of liquid preparation notably. Compared with RFrac-H, the fracturing fluid prepared by using breaker fluid had a reduction of more than 70% in the amount of thickener and viscosity accelerator.

**Keywords:** fracturing fluid; hydrophobically associating polymer; gel breaker; reuse of gel breaker; preparation

(上接第 15 页。continued from p.15)

[23] 董文博, 庄稼, 马彦龙, 等. 高温油井水泥缓凝剂聚 2-丙烯酸酰胺基-2-甲基丙磺酸/苯乙烯磺酸钠/衣康酸的合成及缓凝效果[J]. 硅酸盐学报, 2012, 40(5): 703-710.

[24] 陈林, 史铁钧. 分散聚合法制备抗盐耐温性丙烯酸酰胺-对苯乙磺酸钠共聚物[J]. 石油化工, 2011, 40(4): 419-424.

### Preparation and Performance Evaluation of Polymer Microsphere as Drilling Fluid Filtrate Additive

LIU Yun<sup>1</sup>, WANG Ning<sup>2</sup>, ZHANG Wenzhe<sup>3</sup>

(1. Research Center for Exploration and Development Technology, Yanchang Oilfield Company, Ltd, Yan'an, Shaanxi 716000, P R of China; 2. College of Petroleum Engineering, Xi'an Shiyou University, Xi'an, Shaanxi 710065, P R of China; 3. Shaanxi Yanchang Petroleum (Group) Company, Ltd, Xi'an, Shaanxi 710018, P R of China)

**Abstract:** Aiming at the failure of existing fluid loss agent in the environment of high temperature and high salinity, a polymer microsphere was synthesized through inverse emulsion polymerization by water-soluble monomers, such as sodium *p*-styrene sulfonate with benzene ring structure and sulfonic acid group, 2-acrylamide-2-methylpropanesulfonic acid and acrylamide, and oil phases, such as sorbitan fatty acid ester (Span 80), polyoxyethylene sorbitan monostearate (Tween 60) and liquid paraffin. Infrared spectroscopy, thermogravimetric analysis, scanning electron microscope and laser particle size analyzer were used to characterize the product. Then the swelling performance, salt resistance, aging performance, temperature resistance and plugging performance in the core were studied. The results showed that the microspheres displayed a spherical morphology with a particle size of 2.82—10.26 μm, and began to decompose at 270 °C. It was found that the final expansion ratio of microspheres in deionized water was nearly 5 times the size of the previous one after reaching the swelling equilibrium. Microspheres exhibited a good fluid loss reduction performance in high salinity and high temperature conditions, and had good anti-aging property. A good plugging performance was observed in core plugging experiments. The polymer microspheres aggregated in macropores, where effective plugging was achieved.

**Keywords:** polymer microsphere; fluid loss agent; plugging performance; high temperature; high salinity