文章编号:1000-4092(2020)04-571-04

胶结型强封堵防塌剂的研制与性能评价*

余加水[1],尤志良[2],付超胜[1],敖 天[3],蒋官澄[3],谢春林[3],孔德昌[3]

(1. 中国石油西部钻探工程有限公司钻井液分公司,新疆 克拉玛依 834000; 2. 中国石油大港油田石油工程研究院,天津 300280;
3. 油气资源与探测国家重点实验室(中国石油大学(北京)),石油工程教育部重点实验室(中国石油大学(北京)),北京 102249)

摘要:为改善准噶尔盆地南缘地区破碎性地层引起的钻井过程中井壁失稳及井漏问题,结合仿生强封堵理论,通过模仿贝壳的多层复合结构,研制了一种油基钻井液胶结型强封堵防塌剂XZ-OSD。通过扫描电镜和红外光谱表征了XZ-OSD的结构,评价了其热稳定性、降滤失效果和封堵性,并分析了封堵机理。结果表明,XZ-OSD的球状颗粒尺寸为50～200 nm。XZ-OSD的热稳定性较好,分解温度为250℃。XZ-OSD的降滤失效果显著,在基浆中仅加入1% XZ-OSD,油基钻井液API滤失量降低72.22%,150℃ 高温高压滤失量降低81.43%。XZ-OSD保护油气层效果显著,在堵漏浆中加入1% XZ-OSD后,岩心的正向封堵率和反向封堵率分别提高2.89倍和0.4倍。XZ-OSD高温封堵效果良好,在堵漏浆中加入6% XZ-OSD,180℃热滚16 h后的滤失量仅为2 mL。XZ-OSD在进入地层后,能进入不同尺寸孔隙、裂缝,通过桥塞和架桥作用封堵孔隙、裂缝,同时遇油膨胀,通过膨胀性能和XZ-OSD的胶结能力保证漏层承压能力,进而提高井筒稳定性,避免井漏等井下复杂事故发生。图3表2参11

关键词:井漏;封堵剂;胶结型;承压堵漏;准噶尔盆地

中图分类号:TE254+.4 **文献标识码**:A **DOI**:10.19346/j.cnki.1000-4092.2020.04.001

0 前言

新疆准噶尔盆地南缘地区具有优良的生油气条件,勘探潜力巨大,是油气资源的有利接替区,现已发现多个含油气构造和油气聚集带。在钻井过程中,由于存在巨厚砾岩层、高陡地层发育、客观存在地应力的各向异性、多套压力系统共存,同时因为构造运动造成地层破碎易垮塌、漏失,井眼复杂,严重制约了钻井速度[1]。

随着钻井过程的进行,地层条件越来越复杂,地层呈现破碎性、孔缝发育和水敏性增强等特点,使用水基钻井液封堵会导致地层岩石水化膨胀,应力状态改变,引发井壁失稳和井漏。而采用常规的油基钻井液封堵技术也难以解决破碎性地层引起的承压能力弱、孔缝发育等问题,导致油井大量掉块与井塌、继而卡钻等严重事故。因此,研发一种具有胶结破碎性地层、强封堵孔缝性地层、强化井眼、提高井壁岩石强度的油基钻井液封堵剂是解决该问题的关键[2]。

为了更好地解决准噶尔盆地南缘地区复杂破碎地层极易引起的井漏和井壁失稳问题,必须使用具有封堵性能的油基钻井液提高地层的承压能力,以保护井壁稳定。国内外钻井工作者对于提高地层承压能力已经做了大量的研究和实践,在封堵理论尚未形成前,现场的工程师主要通过经验封堵的方法进行堵漏,以固井水泥、桥塞材料、石灰、膨润

* 收稿日期:2020-11-26;修回日期:2020-12-04。

基金项目:中国石油西部钻探工程有限公司钻井液分公司项目"油基钻井液用封堵防塌剂(XZ-OSD)委托研发服务"(项目编号HX20200871),中国石油天然气集团有限公司-中国石油大学(北京)战略合作科技专项"玛南上乌尔禾组钻井提速基础理论与关键技术研究"(项目编号 ZLZX2020-01)。

作者简介:余加水(1966–),男,高级工程师,重庆石油学校油田化学专业硕士(1988),从事钻井液技术管理及室内实验工作,E-mail:1115236380@qq.com。蒋官澄(1966–),男,教授,本文通讯联系人,中国海洋大学海洋化学专业博士(2005),从事钻井液技术研究工作,通讯地址:102249 北京市昌平区府学路18号中国石油大学(北京)石油工程学院,E-mail:m15600263100_1@163.com。

土等混合物为主要的封堵材料。目前,国内外关于提高地层承压能力的机理中,比较具有代表性的有变形多级粒子充填理论、理想充填理论、“应力笼”理论和理想的笼状结构体理论[3-7]。变形多级粒子填充理论给出了漏失层近井地带的屏蔽堵塞机理,主要针对低孔低渗透漏失,不适用于高孔高渗或恶性漏失漏层,且要求粒子尺寸与漏失孔缝严格匹配[8]。理想充填理论能解决较宽孔缝分布的尺寸问题,但要求暂堵剂颗粒尺寸必须在一个合适的范围内,且与漏失孔缝尺寸严格匹配[9]。“应力笼”理论作用机理是通过适当对井壁施压、形成微小裂缝,钻井液中合适的封堵材料迅速进入裂缝,并在开口附近形成桥塞;形成的桥塞渗透率必须足够低,能阻隔液柱压力传递,产生能封堵裂缝、阻止裂缝进一步扩大、防止压力传递到裂缝末端、提高井眼周向应力的“应力笼”效应,起到防漏封堵效果[10]。理想的笼状结构体理论具有高封堵效率和高承压能力,但也存在一定的缺点,包括对笼状体包络材料的特殊要求,以及实际状态与理想状态下的笼具有不完善性[11]。因此,基于现有的承压堵漏理论存在的不足,考虑以仿生钻井液理论为指导,通过模仿自然界动植物的结构、功能、原理等,形成一套仿生强封堵理论,并研究一种以仿生强封堵理论为基础的油基钻井液强封堵防塌剂。

贝壳由有机相和无机相组成,其中无机相为占95%以上的$CaCO_3$,其他部分为有机质。贝壳通过有机质与无机纳米颗粒的胶结形成独特的多层复合结构,其中无机相形成棱柱层能提高贝壳的支撑能力和强度,有机质形成的珍珠层和角质层能提高贝壳的韧性及结构强度。因此,笔者认为贝壳的多层复合结构对于提高准噶尔盆地南缘地区复杂破碎性地层的承压能力具有较好的应用与发展前景。本文通过模仿贝壳的多层复合结构与组成,研究了一种适用于油基钻井液的两亲型高分子树脂纳米胶结型强封堵防塌剂XZ-OSD。通过扫描电镜和红外光谱表征了XZ-OSD的结构,评价了其热稳定性、降滤失效果和封堵性,并分析了封堵机理。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

XZ-OSD,主要材料为丙烯酸及其部分衍生物合成的丙烯酸树脂,自制;氢氧化钠、主乳化剂Span80、辅乳化剂烷基苯磺酸钠(ABS)、有机土、CaO等钻井液添加剂均为工业品;3号白油,工业级,北京英海庆工业润滑油有限公司;纳基膨润土、Na_2CO_3,工业级,北京伊诺凯科技有限公司。

SU8010冷场发射扫描电镜,株式会社日立制作所;TGA/DSC 1同步热分析仪,瑞士梅特勒-托利多公司;SD6标准API压滤机、GGS71高温高压(HTHP)失水仪,青岛同春石油仪器有限公司;JHMD-Ⅲ岩心动态污染驱替仪,荆州市现代石油科技发展有限公司。

1.2 实验部分

(1)微观结构分析

将XZ-OSD样品粉末使用乙醇分散超声处理后,滴在玻璃片上,烘干后进行喷金处理,然后用扫描电镜观察其微观结构。

(2)热稳定性分析

将XZ-OSD磨碎成粉,使用TG-DSC联用分析仪测定热失重曲线(TG曲线),分析热稳定性能。升温速率为10℃/min,氮气保护,测试温度范围为30～400℃。

(3)降滤失效果评价

①油基钻井液基浆的制备:将270 mL 3号白油、30 mL蒸馏水、3% Span80、1% ABS、1%有机土和2% CaO混合配成油基钻井液基浆,评价基浆和基浆+1% XZ-OSD的API和HTHP降滤失效果。②API滤失量测试:对新制备的钻井液或150℃老化16 h后的钻井液进行API滤失量测试。随后将250 mL左右的液体倒入配有标准滤纸的标准API压滤机。在0.7 MPa压力下滤失30 min,记录滤液体积。③高温高压(HTHP)滤失量测试:将油基钻井液加入高温高压失水仪中,并配以滤纸,在3.5 MPa、150℃的条件下滤失30 min,记录滤液体积。

(4)封堵率的测定

将300 mL 4%的钠基膨润土基浆(6 L自来水+4%纳基膨润土+2‰ Na_2CO_3,搅拌24 h)与1% XZ-OSD混合配制堵漏浆,使用岩心动态污染驱替仪进行封堵实验,测试正向封堵率和反向封堵率,封堵温度为60℃,驱替压力为3.5 MPa,封堵时间125 min。

(5)堵漏能力评价

将240 mL柴油与60 mL $CaCl_2$溶液(30%)混

合，随后加入3% Span80、2% ABS、2% CaO、0～6% XZ-OSD，配制堵漏浆。通过高温高压失水仪和砂床（20～40目）评价XZ-OSD对渗透性漏失的封堵能力。将100 g砂床置于钻井液杯底部，再将150 mL堵漏浆加入钻井液杯中，测试堵漏浆在180℃和3.5 MPa下的HTHP滤失量，滤失30 min，记录滤液体积。

2　结果与讨论

2.1　胶结型强封堵剂的封堵机理

XZ-OSD颗粒进入破碎地层后，一方面通过XZ-OSD的纳米颗粒进入地层不同尺寸的孔隙和裂缝中起到桥塞、封堵作用，同时颗粒遇油膨胀，依靠膨胀性能提高漏层内壁的压力和摩擦力，有效提高漏层岩石的承压能力；另一方面，XZ-OSD颗粒通过聚合物链上的羟基等与地层岩石胶结形成类似贝壳的多节点“蜂窝”胶结层状结构，封堵地层并提高地层承压能力和稳定性，从而避免井漏和井塌等井下复杂情况。

2.2　胶结型强封堵剂的结构

XZ-OSD的结构中既含有亲水性基团铵基和羧基，又含亲油性基团酯基和苯环，但亲油基团多于亲水基团，因此，XZ-OSD属于更亲油的两亲型聚合物。在油基钻井液中，XZ-OSD粒子在油水界面排列，粒子更亲油，大部分颗粒处于油相中，导致油水界面弯曲，使水分散在油中，乳液更加稳定，滤失量降低；同时XZ-OSD粒子在界面上排列，空间上阻隔分散相碰撞聚并，增加乳液稳定性。由XZ-OSD样品的扫描电镜照片（见图1）可见，XZ-OSD的形态为纳米级球状，外观圆滑，粗糙度小，主要粒径分布在50～200 nm之间。

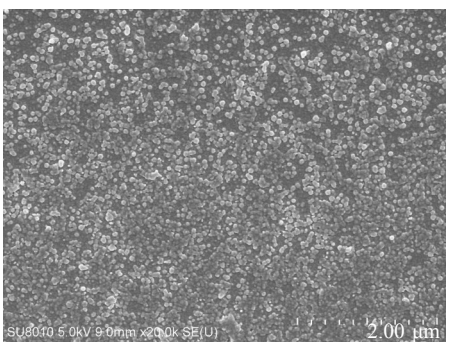

图1　XZ-OSD的扫描电镜照片

由XZ-OSD产物的红外光谱图（见图2）可见，1724.13 cm^{-1}处为酯羰基C=O的伸缩振动峰，1234.21 cm^{-1}处有C—O—C存在，表明含有酯基；725.24 cm^{-1}处为苯环的振动峰，表明合成产物符合设计要求。

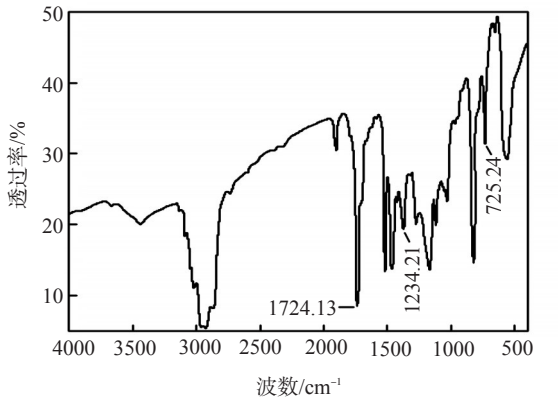

图2　XZ-OSD的红外光谱图

2.3　性能评价

2.3.1　热稳定性

胶结型封堵剂XZ-OSD的热重分析结果如图3所示。XZ-OSD在30～250℃出现4.42%的质量损失，这是单体中残留的水分挥发所致。在温度达到250℃后，质量损失速度增加，250～330℃之间的质量损失为15.66%，表明XZ-OSD在250℃开始热分解。XZ-OSD在250℃以内具有较好的热稳定性，能满足钻井使用。

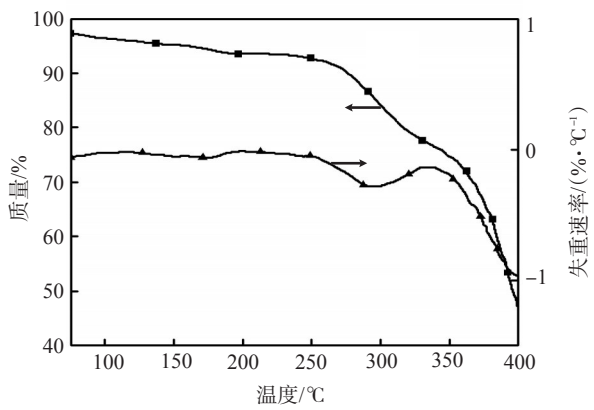

图3　封堵剂XZ-OSD的热失重曲线

2.3.2　降滤失效果

对胶结型纳米封堵防塌剂XZ-OSD进行降滤失效果评价，分别测试了基浆、基浆＋1% XZ-OSD热滚前的API滤失量和基浆、基浆＋1% XZ-OSD 150℃热滚16 h后的HTHP滤失量。在加入1% XZ-OSD后，热滚前API滤失量由未加时的3.6 mL降至1.0 mL，API滤失降低率达72.22%；150℃热滚

16 h后的HTHP滤失量由未加时的14.0 mL降至2.6 mL，HTHP滤失降低率达81.43%，降滤失效果明显。

2.3.3 封堵效果

采用4块不同的岩心，使用岩心动态污染驱替仪对XZ-OSD进行封堵实验。基浆、基浆+1% XZ-OSD的正反向封堵率如表1所示。加入1% XZ-OSD后，正向封堵率由未加XZ-OSD前的21.2%增至82.5%，增加2.89倍；反向封堵率由未加XZ-OSD前的58.4%增至80.3%，增加0.4倍。相对于基浆，封堵液的封堵率有了大幅度的提升，说明XZ-OSD的封堵性能良好。

表1 XZ-OSD对基浆封堵率的影响

封堵剂质量分数/%	渗透率/(10^{-3} μm^2)			封堵率/%	
	初始	封堵后正向	封堵后反向	正向	反向
0	121.9	96.0		21.2	
0	224.4		93.4		58.4
1	108.4	19.0		82.5	
1	140.1		27.6		80.3

注：空白表示未测试。

2.3.4 堵漏性能

使用高温高压漏失仪进行砂床堵漏实验，测试了基浆、基浆+5% XZ-OSD和基浆+6% XZ-OSD 3种堵漏浆在180℃热滚16 h前后的HTHP滤失量。由表2可见，加入XZ-OSD后，180℃热滚后的HTHP滤失量从未加时的全漏降至9 mL或2 mL，降滤失效果高达96.0%、98.7%，说明封堵剂XZ-OSD的封堵效果好，抗温性能良好，可抗180℃。

表2 XZ-OSD对基浆堵漏性能的影响

XZ-OSD质量分数/%	老化前的滤失量/mL	180℃老化后的滤失量/mL
0	22秒漏失完	18秒漏失完
5	16	9
6	14	2

3 结论

两亲型高分子树脂纳米胶结型强封堵防塌剂XZ-OSD粒子在油水界面上排列，大部分位于油相中，通过空间阻隔分散相碰撞聚并，使水分散在油中，增加乳液稳定性，降低滤失量。XZ-OSD的热稳定性较好，分解温度为250℃。XZ-OSD具有良好的封堵效果和抗温性，1% XZ-OSD可有效提高岩石的正向封堵率2.89倍和反向封堵率0.4倍；在堵漏浆中加入6% XZ-OSD，180℃热滚16 h后的滤失量仅为2 mL。

参考文献：

[1] 张雄，余进，毛俊，等. 准噶尔盆地玛东油田水平井高性能油基钻井液技术[J]. 石油钻探技术，2020，48(6)：1–12.

[2] 康毅力，许成元，唐龙，等. 构筑井周坚韧屏障：井漏控制理论与方法[J]. 石油勘探与开发，2014，41(4)：473–479.

[3] ALKINANI H H，AL-HAMEEDI A T T，DUNN-NORMAN S，et al. Using data mining to stop or mitigate lost circulation [J]. J Pet Sci Eng，2019，173：1097–1108.

[4] 周佩，李谦定，李辉，等. 体膨型堵漏材料及其堵漏机理研究进展[J]. 油田化学，2009，26(1)：111–114.

[5] 张晶. 煤矿区钻井裂缝性漏失承压堵漏机理与关键技术研究[D]. 北京：煤炭科学研究总院，2020：13–15.

[6] 杨艳. 基于ABAQUS的承压堵漏模拟与研究[D]. 西安：西安石油大学，2019：12–14.

[7] 马志忠，孙永乐，张子明，等. 新型堵漏技术的研究及在S841井的工程实践应用[J]. 石油化工应用，2020，39(9)：79–82.

[8] ABRAMS A. Mud design to minimize rock impairment due to particle invasion [J]. J Pet Technol，1977，29(5)：586–592.

[9] 张凤英，鄢捷年，杨光，等. 理想充填暂堵新方法在吐哈丘东低渗透气田的应用[J]. 钻采工艺，2009，32(6)：88–90.

[10] 王贵. 提高地层承压能力的钻井液封堵理论与技术研究[D]. 成都：西南石油大学，2012：13–17.

[11] 贺明敏，吴俊，蒲晓林，等. 基于笼状结构体原理的承压堵漏技术研究[J]. 天然气工业，2013，33(10)：80–84.

（下转第580页。to be continued on p.580）

Preparation and Performance of MOF-derived Plugging and Inhibiting Agent Used in Drilling Fluids

ZHUANG Qingzuo[1], TIAN Yuqin[2], LUO Yue[1], LUO Xiao[1], XIN Aiyuan[2], TANG Yanyan[2], LIU Weiwei[2]

(*1. College of Chemistry & Environmental Engineering, Yangtze University, Jingzhou, Hubei 434000, P R of China; 2. Research Institute of Petroleum Engineering, Sinopec Shengli Oilfield Company, Dongying, Shandong 257000, P R of China*)

Abstract: The MOF-derived plugging and inhibiting agent, rich in amine groups in outside structure, was successfully prepared, employing addition polymerization of the aziridine and the functional organic-inorganic hybrid which was prepared by zinc nitrate hexahydrate, 2-methylimidazole and ethylenediamine, and it's sealing ability, inhibition and compatibility with various drilling fluids were investigated. The agent could greatly reduce the total filtration loss of base slurry due to its excellent plugging performance. The total filtration loss of the 6% bentonite muds was 24 mL, while that of the 3% bentonite +3% agent slurry was only 4.4 mL. The yield point of the slurry system containing 2% agent was only 6.5 Pa as the bentonite reached up to 25%, and the swelling heights of the bentonite in the 2% agent system reduced by 76% compared with in fresh water system. Furtherly, the recovery rate of shale treated by the agent was satisfactory, being of 74.23%. In addition, the 3% plugging and inhibiting agent ensured the rheological property and filtration steady for drilling before and after aging and showed a slight increases in HTHP filtration as well as shale recovery rate. Based on results, the MOF-derived plugging and inhibiting agent has excellent sealing ability, inhibition and compatibility.

Keywords: *MOF*; *aziridine*; *organic-inorganic hybrid*; *blocking performance*; *inhibition performance*

(上接第574页。continued from p.574)

Development and Performance Evaluation of Strong Plugging and Anti-collapse Agent with Cementation Type

YU Jiashui[1], YOU Zhiliang[2], FU Chaosheng[1], AO Tian[3], JIANG Guancheng[3], XIE Chunlin[3], KONG Dechang[3]

(*1. Drilling Fluid Branch of Western Drilling Engineering Company Ltd, PetroChina, Karamay, Xinjiang 834000, P R of China; 2. Dagang Oilfield Research Institute of Petroleum Engineering, PetroChina, Tianjin 300280, P R of China; 3. State Key Laboratory of Petroleum Resources and Prospecting, Key Laboratory of Petroleum Engineering (Ministry of Education), China University of Petroleum, Beijing 102249, P R of China*)

Abstract: In order to improve the problems of wellbore instability and lost circulation caused by fractured strata in the southern margin of Junggar Basin, a cementing strong plugging and anti-collapse agent XZ-OSD was developed by imitating the multilayer composite structure of shell and combining the bionic strong plugging theory. The structure of XZ-OSD was characterized by SEM and IR, its thermal stability, fluid loss reduction effect and plugging property were evaluated, and the plugging mechanism was analyzed. The results showed that the spherical particle size of XZ-OSD was 50—200 nm. XZ-OSD had good thermal stability, and the decomposition temperature was 250℃. XZ-OSD had a significant fluid loss reduction effect. When only 1% XZ-OSD was added to the base slurry, the API fluid loss of oil-based drilling fluid was reduced by 72.22%, and the fluid loss at 150℃ high temperature and high pressure was reduced by 81.43%. XZ-OSD had a significant effect in protecting oil and gas formation. After 1% XZ-OSD was added to the plugging slurry, the forward plugging rate and reverse plugging rate of the core were increased by 2.89 times and 0.4 times, respectively. XZ-OSD had a good plugging effect at hightemperature. When 6% XZ-OSD was added to the plugging slurry, the fluid loss after heating at 180℃ for 16 h was only 2 mL. After entering the formation, XZ-OSD could enter pores and cracks of different sizes, plug the pores and cracks through the bridge plug and bridging. Furthermore, XZ-OSD expanded in contact with oil, the pressure-bearing capacity of leakage layer was enhanced through the expansion property and the cementing ability, thereby improving the stability of wellbore, and avoiding the occurrence of complicated down-hole accidents such as lost circulation.

Keywords: *lost circulation*; *plugging agent*; *cementation type*; *plugging under pressure*; *Junggar Basin*