

钻井用聚合物交联凝胶堵漏的综合性 实验设计



都伟超^{1,2,3,4}, 范胜^{3,4}, 高伟^{3,4}, 齐彪^{3,4}, 李银婷^{3,4}, 翟城^{3,4}, 陈刚^{1,2,*}

¹西安石油大学陕西省油气田环境污染控制技术与储层保护重点实验室, 陕西西安 710065

²西安石油大学油气田化学陕西省高校工程研究中心, 陕西西安 710065

³中国石化西北油田分公司石油工程技术研究院, 新疆乌鲁木齐 830011

⁴中国石化碳酸盐岩缝洞型油藏提高采收率重点实验室, 新疆乌鲁木齐 830011

摘要: 为了进一步提高本科生的综合实验技能, 渗透绿色化学教育理念, 设计了以聚合物为主剂, 丝瓜瓤为增韧材料制备聚合物交联凝胶堵漏剂的综合性实验, 评价其模拟井下漏层中的作用效能。该实验将有机/无机复合化学知识应用到油田化学领域, 同时将实验技能与现场作业(塔河油田)相结合, 提升学生的专业技能和油田现场适应能力。塔河油田是西北油田千万吨建设的主阵地, “十四五”期间, 大洞基本全控制, 如何开发好中小尺度缝洞、提高储量动用, 实现塔河稳产面临更大挑战。在采取“一井多控”方式开发中小尺度缝洞时, 面临的关键技术难题是碳酸盐缝洞型储层堵漏成功率低, 需要进行堵漏作业。通过本实验, 可使学生了解了堵漏剂在漏失通道中的作用机理, 掌握凝胶堵漏剂的制备和性能评价方法, 了解现场施工工艺。

关键词: 交联凝胶; 凝胶时间; 凝胶强度; 综合实验

DOI: [10.57237/j.se.2023.02.004](https://doi.org/10.57237/j.se.2023.02.004)

Comprehensive Experimental Design of Polymer Crosslinked Gel Plugging for Drilling

Du Weichao^{1,2,3,4}, Fan Sheng^{3,4}, Gao Wei^{3,4}, Qi Biao^{3,4}, Li Yinting^{3,4}, Zhai Cheng^{3,4}, Chen Gang^{1,2,*}

¹Shaanxi Province Key Laboratory of Environmental Pollution Control and Reservoir Protection Technology of Oilfields, Xi'an Shiyou University, Xi'an 710065, China

²Shaanxi University Engineering Research Center of Oil and Gas Field Chemistry, Xi'an Shiyou University, Xi'an 710065, China

³Research Institute of Petroleum Engineering, Sinopec Northwest Oilfield Company, Urumqi 830011, China

⁴Sinopec Key Laboratory of Enhanced Recovery of Fractured-Cave Reservoir, SINOPEC (China Petrochemical Corporation), Urumqi 830011, China

Abstract: In order to further improve the comprehensive experimental skills of undergraduates and penetrate the concept of green chemistry education, a comprehensive experiment was designed to prepare polymer crosslinked gel plugging agent with polymer as the main agent and loofah pulp as the toughening material, and evaluate its effectiveness in simulating downhole leakage layer. This experiment applies organic/inorganic compound chemistry knowledge to the

*通信作者: 陈刚, gangchen@xsyu.edu.cn

field of oilfield chemistry, and combines experimental skills with field work (TaHe Oilfield) to improve students' professional skills and oilfield field adaptability. TaHe Oilfield is the main position for the construction of tens of millions of tons of Northwest Oil Field. During the "Fourteenth Five-Year Plan" period, the large caves were basically under full control. How to develop small and medium-sized fractures and improve the use of reserves and realize the stable production of Tahe Oilfield is facing greater challenges. When adopting the "one well multiple control" method to develop small and medium-sized fractures and cavities, the key technical problem is the low success rate of plugging in carbonate fracture-cavity reservoirs, which requires plugging operations. Through this experiment, students can understand the mechanism of plugging agent in the leakage channel, and master the preparation and performance evaluation methods of gel plugging agent. Let students understand the site construction technology.

Keywords: Crosslinked Gel; Gelation Time; Gel Strength; Comprehensive Experiment

1 引言

原油的生产包括钻井、采油、集输等过程,其中涉及了大量化学剂的使用,因此,油田化学在油田生产中扮演着重要的角色。石油类高等院校开设的《油田化学》是的一门重要的专业课程,它涵盖的内容有钻完井液、油井水泥、压裂酸化、堵水调剖、油田污水处理、原油破乳、清防蜡、原油降凝降粘及化学驱油等。要求学生在掌握油田化学基本理论的基础上,结合室内实验与现场实践,培养学生的分析问题和解决问题能力。随着高校人才培养模式的多样化和创新化,综合性实验被越来越多的应用于理工科学生的科技素质训练。尤其是对于石油院校来说综合性实验是实验教学不可缺少的实验类型,是培养具有现代思维的高素质人才的需要。让应化专业油田化学方向的本科生设计油田化学综合性实验,使其通过文献调研、实验设计、数据处理、结果讨论和撰写实验报告等程序的训练,在短时间内可以进行系统的科研素质训练。

随着石油资源勘探开发向新探区和深部地层等非常规地层拓展,钻遇地层的复杂性越来越大,钻井作业过程中常常遇到裂缝发育等地层,再加上油气开采过程中施工技术的影响,不可避免地使得部分地层的承压能力大幅度下降,造成井下漏失等复杂性井况频频发生[1-4]。井漏是钻井工作液被挤入地层的一种井下复杂情况,在各油气产区普遍存在。据统计,全球漏失井的占比高达20~50%。井漏不但会导致大量钻井液漏失,对储层造成巨大损害,还会引起井壁失稳、坍塌等问题,对后续试油及开采等工作产生严重的影响[5-8]。中国处理井漏的主导技术是利用堵漏剂对漏失通道进行填充、堵塞。化学凝胶堵漏剂具有良好的

可变形性,具有制备工艺简单、抗冲刷能力强等优势而被人们广泛关注[9-12]。

本课题组长期致力于利用环保的植物材料开发绿色油田化学品[13-17],完成十余项相关科研项目。本教研室结合应用化学专业教学需要,将科研成果应用到实验教学中,设计综合性的油田污水处理实验,同时推行绿色环保实验教学理念。设计了以聚合物为主剂,丝瓜瓤为增韧材料制备聚合物交联凝胶堵漏剂的综合性实验,综合性体现在凝胶堵漏剂的制备和性能评价、数据处理及结果讨论。该实验需要4个学时,需要学生课前预习,合理安排实验步骤,多个实验穿插进行。本实验设计符合学生较全面掌握堵漏剂相关知识的要求,同时能将基础化学知识应用到油田化学。该实验设计需要对学生进行分组实验,每组进行不同实验内容,最终各组实验数据汇总,进行对比分析,有利于锻炼学生之间的团队协作能力。

2 实验目的

- (1).学会利用文献调研了解堵漏剂的种类等相关知识;
- (2).学会聚合物交联凝胶堵漏剂的制备过程;
- (3).掌握凝胶堵漏剂的主要性能评价方法和常用仪器的使用方法。
- (4).了解现场堵漏施工工艺。

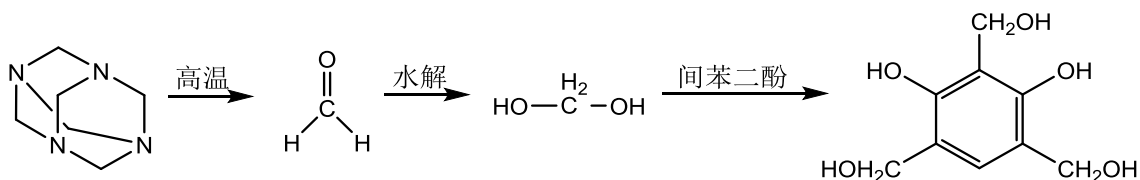
3 实验原理

井漏是钻井工作液被挤入地层的一种井下复杂情况,在各油气产区普遍存在。不但会导致大量钻井液

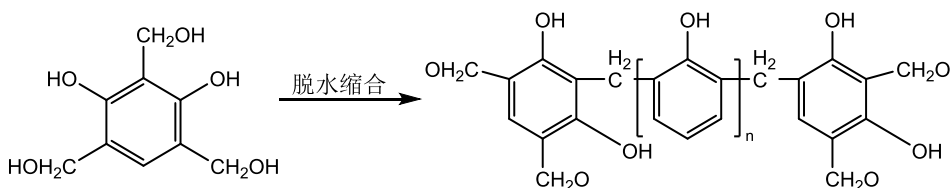
漏失, 对储层造成巨大损害, 还会引起井壁失稳、坍塌等问题, 对后续试油及开采等工作产生严重的影响。中国解决井漏的主导技术是使用堵漏剂对漏失通道进行填充、堵塞。

聚合物交联凝胶类堵漏的反应机理为六次甲基四

第一步:



第二步:



第三步:

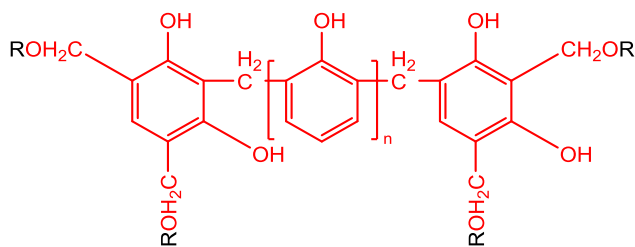


图 1 交联反应机理

4 实验步骤

4.1 试剂与仪器

硫脲、六次甲基四胺, 天津市盛奥化学试剂有限公司; 以上试剂为分析纯; 丝瓜瓤粉末, 西安嘉和生物技术有限公司; 超细碳酸钙, 江西省白瑞新材料科技有限公司; 酚醛交联剂, 上海凯茵化工有限公司。

GJSS-B12K 型四联中压滤失仪, SD6 型变频高速搅拌机, 青岛恒泰达机电设备有限公司; HH-2A 型水浴锅, 北京利伟永兴仪器有限公司; JJ-1 型精密增力电动搅拌器, 常州国华电器有限公司; GD300 型变频高温滚子加热炉, 青岛同春石油仪器有限公司; TP-520H 型电子天平, 湘仪天平仪器设备有限公司。

胺受热后缓慢释放甲醛, 甲醛水解后与间苯二酚反应生成 2,4,6-三羟甲基间苯二酚, 进一步脱水缩合形成酚醛树脂交联剂, 与 DMCs 中酰胺基团发生脱水缩合反应, 形成交联凝胶。

4.2 凝胶制备

- (1). 用蒸馏水作为溶剂, 准确称取 0.4 g 共聚物在搅拌过程中缓慢加入到 100 mL 去离子水中, 并在 400 r/min 条件下搅拌至完全溶解;
- (2). 再称取 2.0 g 丝瓜瓤粉末+超细碳酸钙、0.02 g 硫脲和 0.8 g 酚醛交联剂依次加入聚合物溶液中搅拌均匀, 即此交联凝胶体系的组成为: 0.4% 共聚物, 0.8% 酚醛交联剂, 2.0% 丝瓜瓤+超细碳酸钙增韧材料及 0.02% 稳定剂硫脲;
- (3). 将配制好的凝胶体系转移至老化罐中, 置于滚子加热炉中在 120℃ 条件下加热 6 小时, 得到凝胶堵漏剂。

4.3 成胶强度评价

根据凝胶的流动状态、悬挂状态及吐舌状态，将凝胶强度划分为 9 个等级，从 A 级到 I 级凝胶强度依次增大，各个等级对应的凝胶状态如图 2 所示：



图 2 强度代码图

4.4 成胶时间评价

采用目测代码法，对照图 2，通过观察凝胶的成胶状态确定成胶时间。成胶时间一般指成胶体系由 A 级非探测性凝胶达到最终成胶强度时所经历的时间。这种评价手段简便、快捷、直观，对于成胶时间长短的凝胶体系均适用，是目前国内外研究人员确定成胶时间最常用的方法。

4.5 粘弹性测定

本文采用复杂流体流动特性测定仪测定凝胶体系的粘弹性模量。黏弹性中弹性模量 G' 表示反映的是凝胶的刚性和强度的大小，若凝胶的弹性模量大，则凝胶的抗变形和抗压能力强，可以防止流体从凝胶内部穿透。黏性模量 G'' 表征凝胶黏附性的大小，黏性模量大有利于凝胶与裂缝黏结，提高凝胶的地层裂缝的驻留能力。

4.6 承压能力评价

- (1). 利用直径约 0.8 mm~12 mm 的石子，将它们放入高温高压滤失仪的钻井液杯内，形成具有不同尺寸缝隙的模拟地层，模拟地层高度约 10 cm；
- (2). 在模拟地层上方依次加入 100 mL 凝胶和 100 mL 钻井液进行加压，观察钻井液有无渗入模拟地层内部或穿透，以此评价交联凝胶堵漏效果。

通过对比不同体系的成胶状态、成胶时间及成胶强度，考察体系组成对堵漏凝胶性能的影响。数据处理示例如图 3 和表 1 聚合物浓度对凝胶性能的影响：

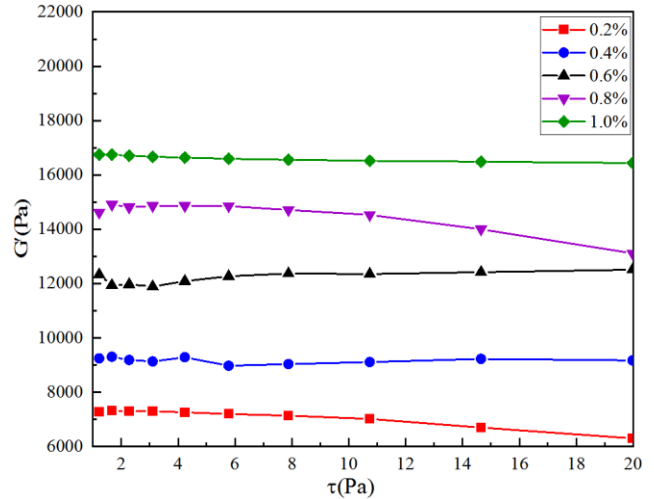


图 3 聚合物浓度对凝胶体系弹性模量的影响

表 1 聚合物浓度对成胶时间和成胶强度的影响

浓度(%)	时间(h)						
	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0	4.0	5.0
0.2	B	B	D	E	F	F	H
0.4	D	E	E	F	G	H	H
0.6	E	F	G	G	H	H	H
0.8	F	G	H	H	H	H	H
1.0	H	H	H	H	H	H	H

5 现场堵漏工艺学习

5.1 堵漏思路

整体堵漏技术思路：采用凝胶+水泥的堵漏方案，利用凝胶在漏层中的支撑和垫护作用，保护后续水泥浆在漏层中的完整性，从而保证封固效果，提高堵漏成功率。

- (1). 凝胶施工用量：考虑到失返性漏失，现场按 100 m³ 准备，至少泵入量 80 m³，浓度为 1.5%，凝胶干粉（聚合物、无机材料及稳定剂混合物）用量 1.5 吨。
- (2). 水泥浆量计算：考虑到失返性漏失，水泥浆按泵入 25 m³ 准备。

交联凝胶具有较高的内聚能，与油气水（泥浆）接触很难被冲稀，且凝胶具有高粘弹性，能有效堆集在漏失通道和孔隙空间，填充大裂缝及孔洞等漏失通道，形成地层内具有一定强度的隔离带，建立一定的承压能力，为后续固结类堵漏材料提供垫护和支撑，防止固结类材料流失和被地层流体稀释，本次采用的堵漏凝胶体系为室内所研发的凝胶体系，可在井底实现化学“交联”。

水泥本身具有良好的固化封堵性能，在保证施工安全的前提下，尽可能缩短初凝时间，迅速凝固，封堵漏

层，减少因候凝时间过长而在漏层中流失的风险，水泥固化后能够满足后续钻井承压，保证后续钻井安全的情况下建议采用低密度水泥浆。

注水泥后 48 小时后实施扫塞施工，后成功建立循环，堵漏成功。

5.2 现场堵漏施工工艺

注入流程：凝胶→前置液→水泥浆→后置液→顶替液。

5.2.1 施工过程

- (1). 配制浓度 1.5% 的凝胶初液，时间约 2-3 小时；
- (2). 提前做好水泥浆稠化及与钻井液混浆实验，确保安全施工时间；
- (3). 下堵漏钻具至井深 5000 m；
- (4). 泵注凝胶初液前，测试环空液面高度，并做好数据记录，关井后，采用泥浆泵以 $0.8-1.0 \text{ m}^3/\text{min}$ 注入凝胶初液 80 m^3 ，泵注期间密切关注环空液面高度变化和立压、套压变化情况；
- (5). 泵注结束后，再次测试环空液面，若监测到液面上涨，则将环空灌满后进行环空反挤作业，将环空上返凝胶推至钻具以下；
- (6). 水眼正挤 2 m^3 清水做前置液，按堵漏方案要求采用水泥车正挤水泥浆 25 m^3 （因凝胶与水泥浆密度差异大，当水泥进入漏层时在保证安全的情况下降低排量，尽量使水泥浆平推进入漏层）；
- (7). 正挤 2 m^3 清水做后置液，改用泥浆泵水眼正挤 36 m^3 （理论塞面 5750 m），根据堵漏期间液面变化决定返浆环空反挤水泥浆量，停泵后关井候凝；

5.2.2 注意事项

- (1). 施工期间若井口出现返浆，则关井进行挤注堵漏作业；
- (2). 泥浆罐一定清洗干净，以防止凝胶被污染；
- (3). 泵注时建议采用一个上水罐，其他罐内凝胶采用砂泵或者螺杆泵抽液到上水罐，或者抽完大半罐后转另外一罐，然后立即将罐余采用螺杆泵抽或砂泵到另外泵注的罐内，减少罐余，降低处理量，同时还能保证上水排量。

5.2.3 凝胶配制及设备要求

凝胶配制前准备工作

- (1). 凝胶初液配制罐需装有搅拌器， 40 m^3 的罐装有两个搅拌器， 60 m^3 的罐装有 3 个搅拌器，且要保证所有搅拌器工作正常；
- (2). 凝胶配制罐清洗干净；
- (3). 凝胶配制罐按设计要求盛满清水（生产水即可）；
- (4). 配备至少 2 台潜水泵或螺杆泵，用于配制凝胶及凝胶倒罐；
- (5). 准备小刀若干，保证每个加料口有 1-2 把，用于割破凝胶包装袋；
- (6). 加凝胶粉剂时要戴上口罩以免凝胶粉剂吸入肺内；
- (7). 凝胶上水管线要求管径必须大于等于 25 cm，管线越大越容易上水；滤网无堵塞或不装滤网，保证上水管线畅通；
- (8). 泵送设备采用泥浆泵，须提前检查好设备，特别是上水效率要好，必要时更换水凡尔，以保证施工的顺利进行。

凝胶配制

- (1). 根据凝胶施工浓度和每个罐的水的体积，计算出每个罐需要的凝胶干粉总量及交联剂用量；
- (2). 打开罐上搅拌器，并将螺杆泵或潜水泵放入罐内，让水在罐内循环；
- (3). 将凝胶干粉倒在螺杆泵或潜水泵的出口端的水柱上，均匀加料，再加入交联剂；
- (4). 加料完成后，可保持螺杆泵或潜水泵继续罐内循环，直至它们的排量很小时关闭螺杆泵或潜水泵；
- (5). 搅拌至完全溶解。

注意事项

- (1). 保证以上的设备全部能正常工作；
- (2). 从开始配制凝胶至凝胶施工完成之间，搅拌器不能停止；
- (3). 罐上洒落的凝胶干粉湿水后比较滑，注意安全。

6 思考题

- (1). 堵漏剂的种类有哪些？各类的优缺点是什么？
- (2). 交联凝胶堵漏剂的堵漏机理是什么？

7 总结

本实验设计利用植物化学、有机化学和油田化学的知识，制备了一种有机/无机复合凝胶堵漏剂，并对

其应用性能进行评价。通过本实验的训练掌握凝胶堵漏剂性能评价和仪器使用方法, 即能够很好的与油田作业现场衔接。在此实验教学中, 对学生从文献调研、实验设计、数据处理、结果讨论等进行了系统训练, 提高分析问题和解决问题的能力, 提高科研素养。本实验综合性强、内容丰富, 需分组完成, 可以提高学生之间的团队合作的能力。

致谢

本文受西安石油大学化学化工学院 2021 年教学改革研究项目《应用化学专业实验循环模拟装置开发与实验课程建设》资助, 为中国石化西北油田分公司博士后课题《塔河碳酸盐岩缝洞型储层高效堵漏技术研究》阶段性成果之一。

参考文献

- [1] Zhao G, Dai C, Chen A, et al. Experimental study and application of gels formed by nonionic polyacrylamide and phenolic resin for in-depth profile control [J]. *J Petrol Sci Eng*, 2015, 135 (3): 552-560.
- [2] 李伟, 白英睿, 李雨桐, 等. 钻井液堵漏材料研究及应用现状与堵漏技术对策 [J]. *科学技术与工程*, 2021, 21 (12): 4733-4743.
- [3] 王明波, 郭亚亮, 方明君, 等. 裂缝性地层钻井液漏失动力学模拟与规律 [J]. *石油学报*, 2017, 38 (5): 597-606.
- [4] 暴丹, 邱正松, 邱维清, 等. 高温地层钻井堵漏材料特性实验 [J]. *石油学报*, 2019, 40 (7): 846-857.
- [5] 康毅力, 王凯成, 许成元, 等. 深井超深井钻井堵漏材料高温老化性能评价 [J]. *石油学报*, 2019, 40 (2): 215-223.
- [6] 贾虎, 陈昊, 陈波, 等. 弹性液体胶塞修井防漏机理与应用 [J]. *石油学报*, 2018, 39 (3): 349-356.
- [7] 于澄. 聚合物凝胶堵漏技术研究 [D]. 中国地质大学(北京), 2016.
- [8] Salaheldin E, Hany G, Ahmed A, et al. A novel solution for severe loss prevention while drilling deep wells [J]. *J Colloid Interf Sci*, 2020, 12 (4): 22-27.
- [9] Dan B, Zheng Q, Zhao X, et al. Experimental investigation of sealing ability of lost circulation materials using the test apparatus with long fracture slot [J]. *J Petrol Sci Eng*, 2019, 183 (2): 47-54.
- [10] 陈家旭, 李兆丰, 邱正松, 等. 高酸溶纤维堵漏剂的实验研究[J]. *钻井液与完井液*, 2018, 35 (5): 41-45.
- [11] 于小龙. 新型复合堵漏材料的研制及效果评价 [J]. *油气田地面工程*, 2015, 34 (1): 89-90.
- [12] 幸弋曜. 固井注水泥用纤维及颗粒材料堵漏和增韧实验研究 [D]. 西南石油大学, 2011.
- [13] Du W, Wang X, Kang L, et al. Application of carboxymethylated carob bean gum as an eco-friendly water-based drilling fluid additive. *Rev Roum Chim*. 2020, 65 (4), 387-393.
- [14] Du W, Hu Z, Sun Y, et al. A green clay swelling inhibitor prepared from citric acid and a mechanism study, *Fresen Environ Bull*, 2020, 29 (7): 4905-4912.
- [15] Du W, Shao T, Li H, et al. The education quality improvement practical exploration of applied chemistry experiments in Xi'an Shiyou University, *Adv in Soci Sci Edu Human Res*, 2020, 466: 786-789.
- [16] Chen G, Gao M, Wang X, et al. Comprehensive Experimental Design for Evaluation of Surfactants Used in Oilfield, *Adv in Soci Sci Edu Human Res*, 2020, 425, 124-129.
- [17] Liu X, Sun Y, Sun H, et al. Quantitative Analysis and Performance Evaluation of Lignosulfonate as a Comprehensive Experimental for Environmental Education, *Adv in Soci Sci Edu Human Res*, 2020, 425, 130-134.