

油田化学品与油品添加剂

硅酸锂/乳液复合封堵剂的制备及性能

杨冬梅, 幸小凤, 文 捷, 张 辉*

(西南石油大学 化学化工学院 油气田应用化学四川省重点实验室, 四川 成都 610500)

摘要: 为保持钻井过程中页岩稳定, 实现对地层微纳米级孔隙和裂缝达到耐高压封堵, 以水溶性和油溶性非离子表面活性剂为原料, 经乳化制备了乳液 (OSE), 将其与硅酸锂 (LS) 复配, 制备了硅酸锂/乳液复合封堵剂 (LOSE)。采用纳米粒度及 Zeta 电位仪、生物显微镜、表面张力测试仪、SEM 对 LOSE 进行了表征。将 LOSE 添加至膨润土基浆中, 通过流变滤失性、封堵性等性能测试实验, 考察了 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ 对 LOSE 流变性能的影响, 探究了 LOSE 添加量 (以基浆质量计, 下同) 对钻井液老化前后流变性能和过滤性能的影响。对 LOSE 的封堵性作用机理进行了推测。结果表明, $m(\text{OSE}) : m(\text{LS}) = 2 : 2$ 为制备 LOSE 的最佳质量比, 制备的 LOSE-22 中值粒径为 $2.50\ \mu\text{m}$, 表面张力降至 $36.47\ \text{mN/m}$; LOSE-22 添加量 4% 时, 钻井液中的 API 滤失量从基浆的 22.0 mL 减至 15.6 mL, 降低了 29.1%; LOSE-22 添加量 1% 可将基浆侵入砂床的体积分数从 100% 降至 50%, 并将老化前水基钻井液的中值粒径降低了 58.8%; LOSE-22 添加量 3% 时, 钻井液侵入砂床体积分数为 71%, API 滤失量为 16.0 mL, 表现出最好的降滤失性和封堵性的综合效果。LOSE-22 通过非离子表面活性剂的尾部疏水作用与 LS 的成膜作用协同, 实现封堵、保护储层的效果。

关键词: 水基钻井液; 乳液; 硅酸锂; 封堵剂; 成膜; 油田化学品

中图分类号: TE254 **文献标识码:** A **文章编号:** 1003-5214 (2025) 10-2299-08

Preparation and properties of lithium silicate/emulsion composite plugging agent

YANG Dongmei, XING Xiaofeng, WEN Jie, ZHANG Hui*

(Oil and Gas Field Applied Chemistry Key Laboratory of Sichuan Province, College of Chemistry and Chemical Engineering, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, Sichuan, China)

Abstract: In order to keep the stability of shale during drilling and to achieve high-pressure resistant plugging on micro- and nano-scale pores and fractures formed, emulsion (OSE) was prepared from emulsification of water- and oil-soluble nonionic surfactants, and then combined with lithium silicate (LS) to obtain lithium silicate/emulsion composite plugging agent (LOSE). The LOSE was characterized by nanometer particle size and Zeta potentiometer, biological microscope, surface tension tester and SEM. LOSE was further added to bentonite base slurry, and the effect of $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ on the rheological properties of LOSE were evaluated by rheological filtration loss and blocking performance test experiments, and the influence of the LOSE additive amount (based on the mass of base slurry, the same below) on the rheological and filtration performance of drilling fluids before and after aging were explored, with the blocking action mechanism speculated. The results showed that $m(\text{OSE}) : m(\text{LS}) = 2 : 2$ was the optimal compounding mass ratio, with the LOSE-22 obtained displaying a median particle size of $2.50\ \mu\text{m}$, surface tension of $36.47\ \text{mN/m}$. The API filtration loss in the drilling fluid with an additive amount of 4% LOSE-22 was reduced by 29.1% from 22.0 mL (base slurry) to 15.6 mL. The additive amount of 1% LOSE-22 could reduce the volume fraction of base slurry into sand bed from 100% to 50%, and reduce the median particle size of water-based drilling fluid before aging by 58.8%. When the additive amount of LOSE-22 was 3%, the volume fraction of drilling fluid into the

收稿日期: 2024-09-07; 定用日期: 2024-10-28; DOI: 10.13550/j.jxhg.20240682

基金项目: 油气田应用化学四川省重点实验室开放基金项目 (YQKF202115)

作者简介: 杨冬梅 (1999—), 女, 硕士生, E-mail: ydmydmyy@163.com. 联系人: 张 辉 (1980—), 男, 教授, E-mail: zhanghuiswpu@126.com.

sand bed was 71%, and the API filtration loss was 16.0 mL, which showed the best combined effect of fluid loss reduction and plugging. LOSE-22 achieved the effect of sealing and protecting the reservoir through the tail hydrophobicity of nonionic surfactant and the film-forming action of LS.

Key words: water-based drilling fluids; emulsions; lithium silicate; plugging agents; film-forming; oil field chemicals

在钻井工程中, 如何克服页岩的不稳定性一直是一个具有挑战性的课题, 页岩失稳处置不当会带来高昂的代价^[1-2]。页岩储层含有大量的微纳米级孔隙和裂缝, 在页岩地层钻井过程中, 水基钻井液(WBDFs)内的压力传递会导致孔隙压力增大, 而导致页岩失稳^[3-6]。

常见的封堵技术主要有刚性封堵、柔性封堵以及成膜封堵等。其中, 刚性封堵容易导致形成的桥堵不稳定, 发生架桥粒子运移、在高渗储层以及非均质储层封堵效率低等问题; 柔性封堵的柔性材料在进入地层的过程中会发生形变, 不能形成良好封堵; 成膜封堵是指通过处理剂在地层岩石孔隙或表面吸附、沉积而形成化学薄膜, 以阻止或减少滤液进入地层的封堵方法^[7]。目前, 成膜封堵技术已经广泛应用, 并且对储层起到了很好的保护效果, 但具有成膜功能的封堵剂功能单一、品种少、价格贵等弊端仍然存在^[8-12]。LI 等^[13]将硅酸锂(LS)与甲基硅酸盐进行复配, 应用到基础钻井液中, 获得了高性能的钻井液, 甲基硅酸盐仅作为一种成膜促进剂。该成膜剂封堵机理主要是利用 LS 的成膜特性, 成膜封堵机理单一, 致使封堵效果有限。国内应用较成功的成膜封堵剂常见的成膜机理为: 高分子链上的大量羟基或酰胺基等基团可牢固地吸附并包裹于岩石表面, 从而达到堵孔防漏效果^[14-16]。但此成膜机理仅考虑成膜吸附, 且应用的前提是有可吸附的介质, 并未考虑和疏水链以及纳米粒子的协同吸附作用, 在相对较大的地层孔隙条件下的应用效果不是十分理想^[17-18]。另外, 在高压地层下, 大部分膜的承压能力相对较弱。蒲晓林等^[19]在隔离膜封堵理论指导下, 制备了一种多糖聚合物, 提升膜的承压能力 >8 MPa, 但仍不能满足部分地层高压条件的要求。因此, 为了在钻井过程中保持页岩稳定, 以对地层微纳米级孔隙和裂缝达到耐高压封堵, 开发一种高效堵封剂势在必行。研究表明, 含非离子表面活性剂的乳液对页岩地层具有很强的封堵能力^[20-21], LS 具备强封堵性和成膜性, 可以通过吸附、扩散和化学沉淀等作用, 在地层岩石表面形成一层保护膜, 封堵地层微裂缝^[22]。

本文拟开发一种硅酸锂/乳液复合封堵剂, 利用非离子表面活性剂疏水链尾部的疏水作用, 协同硅酸锂的大量离子、胶体和高分子的纳米级刚性粒子, 以期对地层达到良好的井壁稳定及储层保护效果,

为高效堵封剂的开发提供参考。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

水溶性非离子表面活性剂(NSW), 济南衍德生物科技有限公司; 油溶性非离子表面活性剂(NSO), 成都市科龙化工试剂厂; LS(质量分数 23%, 模数 4.8), 山东优索化工科技有限公司; 白油, 江苏凯名化工有限公司; 膨润土, 山东华潍膨润土有限公司。

ZNN-D6X 型耐酸六速旋转黏度计、ZNS-2 型中压失水仪, 青岛恒泰达机电设备有限公司; FA-BX 型便捷式无渗透钻井液滤失仪, 青岛海通达专用仪器厂; LS900 型激光粒度分析仪, 欧美克科技有限公司; 德国 KRUSS 界面参数一体测量系统, 克吕士科学仪器上海有限公司; DMLB2 型生物显微镜, 德国 Leica 公司; Zetasizer Nano ZS90 纳米粒度及 Zeta 电位分析仪(DLS), 英国 Malvern 仪器公司; Apreo 2s 型场发射扫描电子显微镜(SEM), 美国 Thermo Fisher Scientific 公司。

1.2 制备方法

称取 21.6 g NSW 于 210 g 蒸馏水中, 于 50 °C 分散搅拌至完全溶解, 得到水相混合物; 称取 8.4 g NSO 置于 90 g 白油中, 磁力搅拌至完全分散, 得到油相混合物。将油相混合物以 8 mL/min 的速率滴加到水相混合物中, 同时打开剪切乳化机以 5000 r/min 的速率进行乳化, 待油相混合物滴加完毕, 再乳化 2~3 min。完成乳化后, 将乳液在室温下, 用磁力搅拌器搅拌、冷却 20 min, 即可得到乳化物, 记为 OSE。

称取 OSE 20.0 g, 分别按照 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS}) = 4 : 0, 3 : 1, 2 : 2, 1 : 3, 0 : 4$, 将 OSE 和 LS 混合均匀复配, 得到 OSE/LS 复配封堵剂(LOSE), 分别记为 LOSE-40、LOSE-31、LOSE-22、LOSE-13、LOSE-04。

在 15.0 kg 自来水中加入其质量 10% 的膨润土, 搅拌 24 h 以上, 使膨润土充分水化分散, 制备得到基浆。

1.3 表征方法和性能测试

1.3.1 表征方法

1.3.1.1 粒径及 Zeta 电位测试

接通纳米粒度及 Zeta 电位分析仪电源, 将仪器预热 10~30 min, 在样品池中加入 250 mL 分散剂(蒸

馏水),用样品勺盛取一定量样品,加入到样品池中,得到试样分散液,测定 LOSE 的粒径分布和 LOSE 加入后基浆的粒径分布,并测定 LOSE 对基浆 Zeta 电位的影响。

1.3.1.2 微观形貌测试

采用生物显微镜对 LOSE 的微观形貌进行观察。首先取适量新鲜制备的 LOSE,用纯水稀释 10 倍,搅拌其均匀分散;然后取 1~2 滴稀释好的样品滴在载玻片上,盖上盖玻片;最后调整粗/细焦螺旋观察 LOSE 的内部形貌。

1.3.1.3 表面张力测试

室温(25℃)下,对 LOSE 进行表面张力测定。

1.3.1.4 SEM 测试

室温(25℃)下,通过中压滤失仪分别制备基浆和基浆+添加量(以基浆质量为基准,下同)1%的 LOSE 泥饼,在 60℃下干燥 24 h,取一小块,贴在导电胶上,喷金,通过 SEM 观察其微观形态。低位二次电子(LEI)模式,工作电流 20 μA,电子加速电压 15.0 kV。

1.3.2 性能测试

1.3.2.1 流变学和滤失性能测试

根据美国石油协会(API)的标准^[23]测定 LOSE 的流变性和过滤性能。

在基浆中加入添加量 0、1%、2%、3%和 4%的 LOSE,高速(12000 r/min)搅拌 20 min,得到均匀的悬浮液体系,并 120℃下老化 16 h。

采用六速旋转黏度计测试并根据公式(1)~(3)计算基浆的表观黏度(AV, mPa·s)、塑性黏度(PV, mPa·s)和屈服应力(YP, Pa)等流变性能^[24]。在测定过程中,水基钻井液(WBDFs)的温度需要保持在约 50℃。

$$AV = \Phi_{600} / 2 \quad (1)$$

$$PV = \Phi_{600} - \Phi_{300} \quad (2)$$

$$YP = 0.511 \times (2\Phi_{300} - \Phi_{600}) \quad (3)$$

式中: Φ_{300} 和 Φ_{600} 分别为六速旋转黏度计在转速 300 和 600 r/min 时的黏度读数, mPa·s。

采用中压失水仪,在 25℃、(0.690±0.034) MPa 的条件下测试其 API(常温、0.690 MPa、30 min)滤失量(FL_{API}, mL)。

1.3.2.2 封堵性能测试

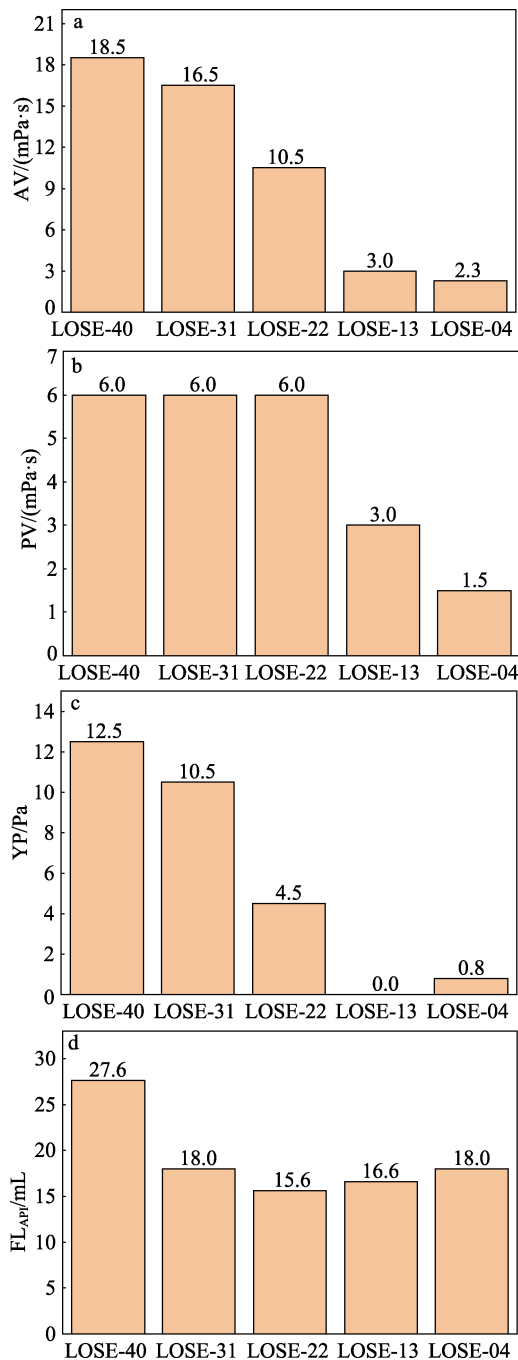
通过砂床封堵实验,评价 LOSE 存在下基浆的封堵性能。采用无渗透钻井液滤失仪在 25℃、0.690 MPa 下对钻井液进行评价。将制备好的含 OSE 和 LS 的基浆转入到老化罐中,在 120℃下滚动老化 16 h,将 250 cm³的 60~80 目砂子均匀铺装在滤失仪的圆筒中压实,然后再加入 100 mL 老化后

的含样品基浆,上紧杯盖,接通气源将压力调至 0.690 MPa,打开放气阀,气源进入钻井液杯中,室温(25℃)下 30 min 后记录含样品基浆的渗透情况。

2 结果与讨论

2.1 LOSE 组成的优化

图 1、2 和表 1 为不同 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ 对 LOSE (以 4% 的添加量加入基浆老化后)流变性能和过滤性能的影响。



a—表观黏度; b—塑性黏度; c—屈服应力; d—API 滤失量

图 1 不同 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ 对 LOSE 流变过滤性能的影响

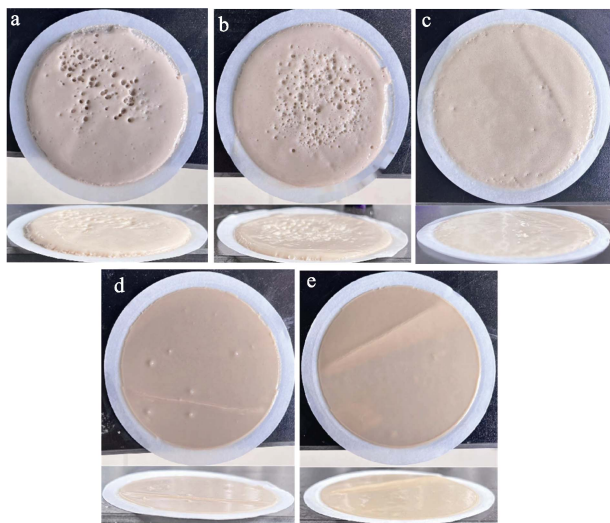
Fig. 1 Effect of different $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ on rheological filtration properties of LOSE

表 1 不同 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ 的 LOSE 的流变过滤性能
Table 1 Rheological filtration properties of LOSE with different $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$

样品	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	FL _{API} /mL	泥饼厚度/mm
LOSE-40	18.5	6.0	12.5	27.6	4.0
LOSE-31	16.5	6.0	10.5	18.0	2.0
LOSE-22	10.5	6.0	4.5	15.6	1.0
LOSE-13	3.0	3.0	0.0	16.6	0.5
LOSE-04	2.3	1.5	0.8	18.0	0.2

从图 1 和表 1 可以看出,随着 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ 的增加,高温老化后钻井液的表现黏度逐渐增大,屈服应力以及泥饼厚度呈同样的变化趋势。添加 LOSE-40、LOSE-31 和 LOSE-22 钻井液的塑性黏度均为 6.0 mPa·s。表现黏度是结构黏度(屈服应力)和塑性黏度之和,当钻井液的结构黏度大于塑性黏度时,钻井液体系中的黏土颗粒之间的聚结能力大于分散能力,钻井液会失去流变性,并丧失其基本功能。LOSE-40、LOSE-31 的结构黏度分别为 12.5 和 10.5 mPa·s,均大于各自的塑性黏度(6.0 mPa·s),因此,LOSE-40、LOSE-31 不适合加入钻井液。LOSE-13、LOSE-04 加入钻井液后,其表现黏度(3.0、2.3 mPa·s)和塑性黏度(3.0、1.5 mPa·s)均较低,这会导致泥浆不稳定,增加钻井事故的风险,同时还会影响到井壁的稳定和钻杆的使用寿命,也不适合加入钻井液。

从表 1 可以看出,当钻井液中加入 LOSE-22 时,FL_{API} 最小(15.6 mL)且泥饼厚度适中(图 2c)。因此,LOSE-22 为最佳 OSE/LS 复配质量比的封堵剂。



a—LOSE-40; b—LOSE-31; c—LOSE-22; d—LOSE-13; e—LOSE-04

图 2 不同 $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ 的 LOSE 加入基浆老化后的中压滤饼照片

Fig. 2 Photos of medium-pressure filter cakes after aging with different $m(\text{OSE}) : m(\text{LS})$ LOSE added to the base slurry

2.2 物性分析

2.2.1 粒径分布分析

图 3 为 LOSE-22、OSE、PP(只含 NSW 的乳液)和 SP(只含 NSO 的乳液)的粒径分布曲线。中值粒径(D_{50})如表 2 所示。

表 2 LOSE-22、OSE、PP 和 SP 的中值粒径
Table 2 Median particle size for LOSE-22, OSE, PP and SP

样品	LOSE-22	OSE	PP	SP
中值粒径/ μm	2.50	2.90	5.60	2.70

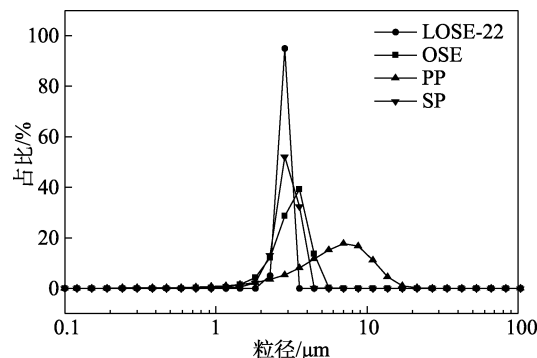


图 3 LOSE-22、OSE、PP 和 SP 的粒径分布曲线
Fig. 3 Particle size distribution curves of LOSE-22, OSE, PP and SP

从表 2 和图 3 可以看出,PP 的中值粒径(5.60 μm)比 SP 的中值粒径(2.70 μm)大,并且将两者混合后制备的 OSE 的中值粒径(2.90 μm)相比 PP 显著下降。在 OSE 中添加 LS 后,LOSE-22 的(2.50 μm)明显减小,并且比 OSE、PP、SP 都小。中值粒径越小,乳液越稳定,因此,LS 的加入有利于 LOSE 的稳定。乳液滴能够较好地抑制地层黏土的水化膨胀和分散,并且小粒径的乳液滴还能够对孔隙形成一定的封堵,中值粒径 2.50 μm 的 LOSE-22 能较快地在井筒表面附近形成封堵层,从而控制钻井液流体及滤液进入井壁岩石,较好地保护油气层。

2.2.2 表面张力分析

图 4 为 LOSE-22、OSE、PP 和 SP 的表面张力测定结果。

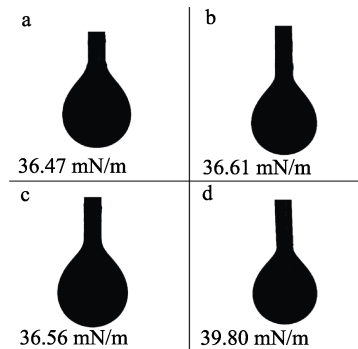


图 4 LOSE-22 (a)、OSE (b)、PP (c) 和 SP (d) 的表面张力图

Fig. 4 Surface tension diagrams of LOSE-22 (a), OSE (b), PP (c) and SP (d)

从图4可以看到,SP的表面张力最大,为39.80 mN/m,而PP的表面张力只有36.56 mN/m。OSE的表面张力为36.61 mN/m,与PP相差不大。但LOSE-22的表面张力(36.47 mN/m)有所降低,这可能因为,LS的离子能够与表面活性剂的极性基团相互作用,形成更稳定的吸附层,进一步降低表面张力,这有利于降低钻井液的表面张力,延缓滤液的侵入。

2.2.3 微观形貌分析

图5为OSE和LOSE-22的生物显微镜图片。

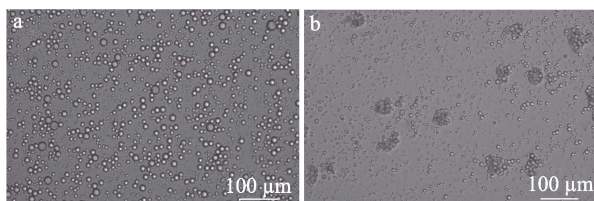


图5 OSE (a) 和 LOSE-22 (b) 的生物显微镜图片

Fig. 5 Biomicrographs of OSE (a) and LOSE-22 (b)

从图5可以看出,OSE呈现均匀小液滴(图5a),表明OSE的稳定性极好;而LOSE-22则呈现有液滴聚集的情况(图5b),表明LS的加入使OSE液滴发生了聚结,这有可能是OSE中的表面活性剂与LS中的锂离子发生相互作用,改变了OSE的稳定性,使OSE液滴凝聚,证实LS有增强胶结的作用。

2.3 性能分析

2.3.1 流变及过滤性能分析

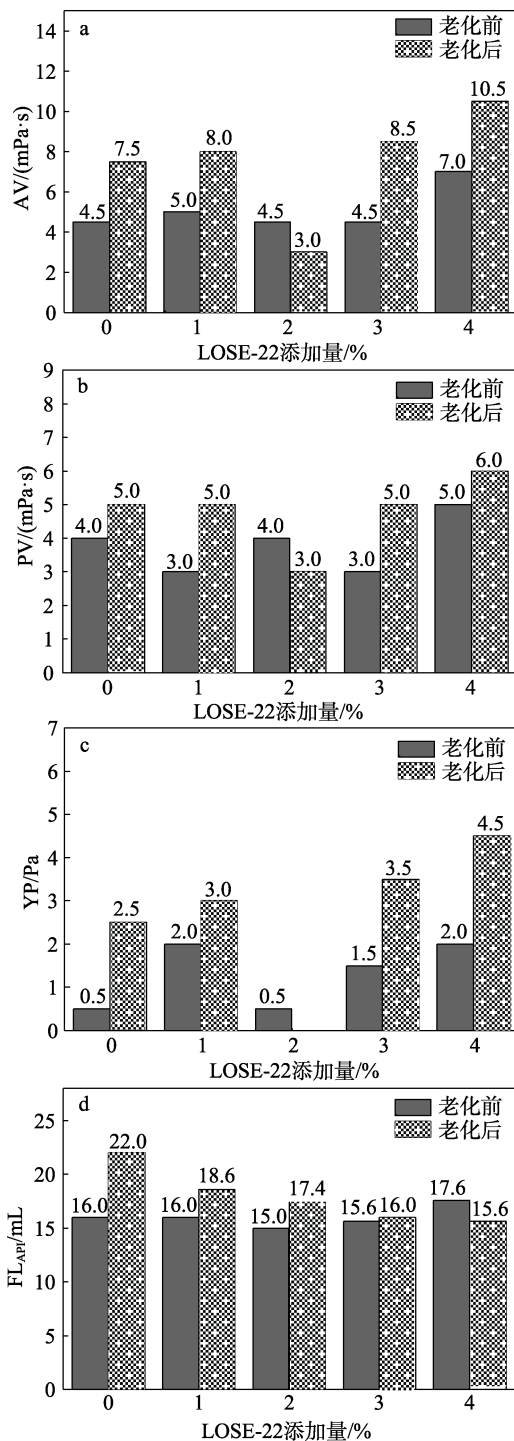
图6为LOSE-22的添加量对钻井液老化前后流变性能和过滤性能的影响。

从图6a可以看出,随着LOSE-22添加量的增加,老化后钻井液的表现黏度大体呈增加的趋势,但在LOSE-22添加量为2%时,其表现黏度突然下降,这是因为,WBDFs的pH可能随着LOSE-22的加入而变化,影响了LOSE-22的电荷状态和相互作用,进而导致黏度降低。

从图6b可以看出,虽然添加LOSE-22后的表现黏度有所改变,但较小的变化幅度对老化前后钻井液的流变性能影响不大。

从图6c可以看出,添加LOSE-22可以适当提高老化前后钻井液的屈服应力,而屈服应力的适当增加使其具有更好的携带岩屑的能力。携带岩屑以避免井下并发症是钻井液的重要功能之一。

从图6d可以看出,随着LOSE-22添加量的增加,WBDFs老化后的滤失量逐渐减小,当LOSE-22的添加量从0增加到4%时,其滤失量从22.0 mL降低到15.6 mL,降低了29.1%,表明LOSE-22封堵剂具有良好的降滤失性能。



a—表观黏度; b—塑性黏度; c—屈服应力; d—API滤失量

图6 LOSE-22添加量对钻井液的影响

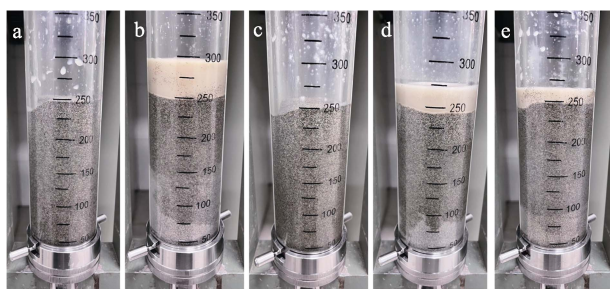
Fig. 6 Effect of LOSE-22 addition on drilling fluids

2.3.2 封堵性能分析

图7为不同LOSE-22添加量的基浆老化后砂床实验照片。

从图7可以看出,当在0.690 MPa压力下加压30 min时,基浆(LOSE-22添加量0)侵入沙层的体积分数为100%,即全部侵入砂层,表现为没有封堵性;LOSE-22添加量1%时,WBDFs侵入沙层的体积分数为50%,表明具有良好的封堵性;LOSE-22

添加量 2% 时, WBDFs 全部侵入, 这可能与 LS 加入钻井液的流变性难以控制有关, 而流变性也是影响封堵性的一个重要因素, 实验过程中, LOSE-22 添加量 2% 时, 其黏度突然降低, 屈服应力为零(图 6c), 导致其封堵性丧失; LOSE-22 添加量 3%、4% 时, WBDFs 侵入体积分数分别为 71% 和 80%, 表明封堵剂 LOSE-22 在 120 °C 下老化 16 h 后具有良好的封堵微裂缝的能力, 并且在添加量为 1% 时封堵效果最为显著。



a—0; b—1%; c—2%; d—3%; e—4%

图 7 不同 LOSE-22 添加量的基浆老化后砂床实验照片
Fig. 7 Photos of sand bed experiment after aging of base paste with different LOSE-22 additions

当 LOSE-22 添加量 3% 时, 封堵效果相对于添加量 1% 有所下降, 但相对于添加量 4% 时效果好; 当 LOSE-22 添加量 3% 时, API 滤失量 (16.0 mL) 相对于添加量 4% (15.6 mL) 有所增加, 但增加量 (0.4 mL) 极少。综合降滤失性和封堵性, 选择 LOSE-22 的最佳添加量为 3%。

2.3.3 LOSE-22 对钻井液粒径分布的影响

钻井液的粒径分布对降低滤失量和封堵性能有重要影响。合理的粒径分布会形成致密的泥饼, 防止钻井液进一步泄漏, 降低钻井液滤失。图 8 为不同 LOSE-22 添加量的钻井液老化前后的中值粒径。

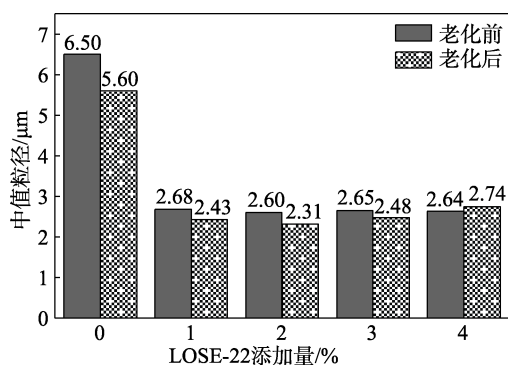


图 8 不同 LOSE-22 添加量的钻井液老化前后的中值粒径
Fig. 8 Median particle size of drilling fluids before and after aging with different LOSE-22 additions

从图 8 可以看出, 在老化前, LOSE-22 添加量 1% 可以显著降低 WBDFs 的中值粒径 (降低了

58.8%), 表明封堵剂 LOSE-22 能够很好地分散在钻井液中。在 120 °C 老化后, 随着 LOSE-22 添加量增加到 2%, 基浆的中值粒径最小, 为 2.31 μm, LOSE-22 添加量从 2% 增加到 4%, 中值粒径逐渐增大, 但增大幅度不明显, 表明封堵剂的 LOSE-22 添加量对基浆的中值粒径影响很小, 并且可以使黏土在高温下保持良好的分散。LOSE-22 封堵剂的加入有利于保持黏土颗粒的分散, 并且能对微米级裂缝进行针对性封堵。

2.3.4 LOSE-22 对钻井液 Zeta 电位的影响

Zeta 电位与胶体的分散稳定性密切相关, 其反映了粒子间相互排斥的强度。系统中的分子或分散粒子越小, Zeta 电位的绝对值越高, 系统越稳定。反之, Zeta 电位绝对值越低, 体系越倾向于凝聚或聚结, 从而发生凝聚或聚结。如果水相中所有粒子的 Zeta 电位绝对值均 >30 mV, 则该分散体系相对稳定^[25]。图 9 为不同 LOSE-22 添加量的钻井液老化前后的 Zeta 电位。

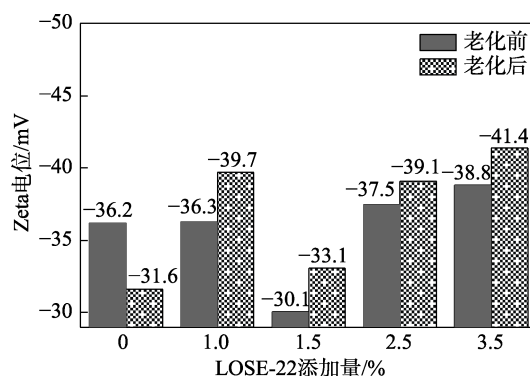


图 9 不同 LOSE-22 添加量的钻井液老化前后的 Zeta 电位
Fig. 9 Zeta potential of drilling fluids with different LOSE-22 additions before and after aging

由图 9 可以看出, 当 LOSE-22 添加量从 1.0% 增加到 3.5% 时, 老化后相较于老化前的 Zeta 电位绝对值呈增大的趋势, 可见在地层高温 (120 °C) 的条件下, LOSE-22 的加入增强了钻井液的稳定性。

2.4 作用机理分析

提高滤饼的致密性、降低其渗透率是高质量滤饼形成的关键^[26]。图 10 为基浆泥饼和基浆+LOSE-22 添加量 1% 的泥饼的 SEM 图。

从图 10 可以看出, 在 120 °C 老化 16 h 后, 基浆过滤的泥饼表面粗糙, 含有大量大小不等的微裂纹 (图 10a、b)。膨润土呈致密无序团块状, 说明膨润土颗粒间的相互作用较弱, 表现出一定的亲水性。因此, 基浆的泥饼不能有效控制滤失。封堵剂 LOSE-22 添加量 1% 的泥饼表面相对光滑, 无微裂缝, 比较平坦, 黏土颗粒产生了一定程度的聚结, 未有

大量的裂缝和孔洞, 泥饼更加致密光滑(图 10c、d), LOSE-22 使钻井液中的液体难以穿过泥饼, 直观地展示了封堵剂降低滤失的机理。

LOSE-22 的封堵性能可归因于两方面协同作用: 一方面, 由于黏土表面层上存在硅醇基团, 导致非离子表面活性剂被吸附在膨胀的黏土表面, 这种吸附的长链表面活性剂利用疏水尾部排斥水, 从而达到封堵作用; 另一方面, LS 可在水中形成不同尺寸的离子、胶体和高分子的纳米级粒子, 通过吸附、扩散和化学沉淀等作用, 在地层岩石表面形成了一层保护膜, 封堵地层微裂缝。进入地层后, 硅酸根离子进一步与地层中的钙镁离子反应, 生成硅酸钙和硅酸镁沉淀, 同时, 硅醇基可与地层矿物的铝醇基发生缩合反应, 黏结地层矿物, 提高地层的整体胶结能力, 起到封堵的作用。

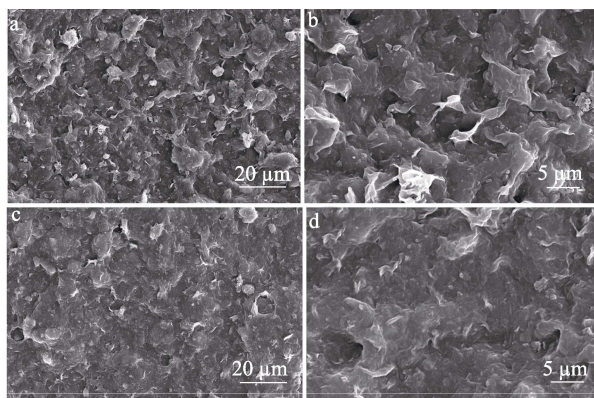


图 10 基浆泥饼 (a、b) 和基浆+LOSE-22 添加量 1% 的泥饼 (c、d) 在不同放大倍数下的 SEM 图

Fig. 10 SEM images of base slurry mud cake (a, b) and base slurry+LOSE-22 added at 1% mud cake (c, d) at different magnifications

3 结论

(1) $m(\text{OSE}) : m(\text{LS}) = 2 : 2$ 为 OSE 和 LS 复配制备封堵剂 LOSE 的最佳复配质量比, 制备的 LOSE-22 中值粒径为 $2.50 \mu\text{m}$ 。

(2) 基浆中 LOSE-22 添加量为 3% 时, WBDFs 侵入体积分数为 71%, API 滤失量为 16.0 mL, 表现出最好的降滤失性和封堵性的综合效果。

(3) LOSE-22 是利用非离子表面活性剂的尾部疏水作用以及 LS 形成的纳米粒子的吸附、扩散和化学沉淀等作用来达到良好的封堵和保护储层的效果。

参考文献:

[1] SUN J S, WANG Z L, LIU J P, *et al.* Notoginsenoside as an environmentally friendly shale inhibitor in water-based drilling fluid[J]. *Petroleum Science*, 2022, 19(2): 608-618.

[2] MINAKOV A V, LYSAKOVA E I, SKOROBOGATOVA A D, *et al.* Experimental study of the effect of crystalline aluminum oxide nanofibers on the properties of oil-based drilling fluids[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2023, 388: 122676.

[3] CUI Y Q (崔彦琦), YU H J (于洪江), LEI L (雷亮), *et al.* Preparation and properties of composite nano film-forming sealing agent for water-based drilling fluid[J]. *Fine Chemicals (精细化工)*, 2024, 41(9): 2031-2037.

[4] AO T, YANG L L, XIE C L, *et al.* Zwitterionic silica-based hybrid nanoparticles for filtration control in oil drilling conditions[J]. *ACS Applied Nano Materials*, American Chemical Society, 2021, 4(10): 11052-11062.

[5] PEREIRA L B, SAD C M S, CASTRO E V R, *et al.* Environmental impacts related to drilling fluid waste and treatment methods: A critical review[J]. *Fuel*, 2022, 310: 122301.

[6] ZENG L X (曾立祥), ZHANG Y Y (章洋洋), TIAN X H (田夏荷), *et al.* Design principles and applications of high performance water-based drilling fluid systems[J]. *Contemporary Chemical Industry (当代化工)*, 2024, 53(6): 1431-1434.

[7] HUANG N (黄宁), SUN J S (孙金声), LIU J P (刘敬平), *et al.* Research status and development trend of plugging theory and materials of water-based drilling fluid[J]. *Chemical Industry and Engineering Progress (化工进展)*, 2025, 44(1): 367-378.

[8] GUO J K, YAN J N, FAN W W, *et al.* Applications of strongly inhibitive silicate-based drilling fluids in troublesome shale formations in Sudan[J]. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 2006, 50(3): 195-203.

[9] WEI Z J, WANG M S, SHAN W J, *et al.* Synergistic effects of potassium alginate and silicates co-inhibition performance in shale hydration[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2024, 393: 123538.

[10] SUN J S, ZHANG F, LYU K H, *et al.* A novel film-forming silicone polymer as shale inhibitor for water-based drilling fluids[J]. *e-Polymers*, 2019, 19(1): 574-578.

[11] CUI G T (崔贵涛), GUO K (郭康), DONG H W (董宏伟), *et al.* Application of high inhibition film-forming plugging type drilling fluid in Changnan gasfield[J]. *Drilling & Production Technology (钻采工艺)*, 2016, 39(5): 71-73, 104-105.

[12] DONG L F (董林芳), CHEN J S (陈俊生), JING P (荆鹏), *et al.* Development and application of a novel filming plugging agent CMF[J]. *Drilling and Completion Fluids (钻井液与完井液)*, 2018, 35(5): 31-35.

[13] LI Y, WANG M S, TAN X F, *et al.* Application of hybrid silicate as a film-forming agent in high-temperature water-based drilling fluids[J]. *ACS Omega*, 2021, 6(31): 20577-20589.

[14] FANG J (方静), NIU X (牛晓), HE Z (何仲), *et al.* Research and evaluation of zwitterionic film forming sealing agent used in drilling fluids[J]. *Applied Chemical industry (应用化工)*, 2017, 46(2): 234-239.

[15] SUN K (孙凯), RAN M L (冉茂林), LI X (李鑫). Research and application of film-forming anti-collapse drilling fluid system[J]. *Drilling & Production Technology (钻采工艺)*, 2021, 44(4): 104-109.

[16] WANG J W (王伟吉). Preparation and performance evaluations of an ultra-low permeability film-forming agent based on graphene modification[J]. *Petroleum Drilling Techniques (石油钻探技术)*, 2021, 49(1): 59-66.

[17] WANG Z Y (王中义), SUN J S (孙金声), HUANG X B (黄贤斌), *et al.* Research on LCST-type temperature-sensitive polymers and their application progress in drilling fluids[J]. *Fine Chemicals (精细化工)*, 2017, 34(7): 827-833.

[18] ZHENG L H (郑力会), WU T (吴通), TAO X J (陶秀娟), *et al.* Progress of research on classification of plugging materials for stabilizing borehole wall[J]. *China Petroleum Machinery (石油机械)*, 2021, 49(4): 1-9.

- [19] PU X L (蒲晓林), LEI G (雷刚), LUO X S (罗兴树), *et al.* Study on membrane theory and film-forming drilling fluid[J]. *Drilling and Completion Fluids (钻井液与完井液)*, 2005(6): 1-4, 83.
- [20] ZHONG H Y, GAO X, QIU Z S, *et al.* Insight into β -cyclodextrin polymer microsphere as a potential filtration reducer in water-based drilling fluids for high temperature application[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2020, 249: 116833.
- [21] WANG H (王华), ZHANG P (张攀), ZHANG Q (张琦), *et al.* New eco-friendly microemulsion-based drilling fluid[J]. *Contemporary Chemical Industry (当代化工)*, 2024, 53(7): 1625-1629.
- [22] LI Y (李颖). Study of the film-forming and plugging properties and wellbore stabilization mechanism of lithium silicate-based drilling fluids[D]. Changchun: Jilin University (吉林大学), 2023.
- [23] SUN Y W, SUN J S, LI L, *et al.* Development of high-temperature and high-mineralization-resistant adaptive plugging agent and its performance evaluation[J]. *Energy Fuels*, 2023, 37(13): 8999-9010.
- [24] MENG X H, ZHANG Y H, ZHOU F S, *et al.* Effects of carbon ash on rheological properties of water-based drilling fluids[J]. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 2012, 100: 1-8.
- [25] BAI X D, YONG X M, LUO Y M, *et al.* Synthesis and application of temperature-sensitive polymer as a novel plugging agent for water-based drilling fluids[J]. *Applied Polymer Science*, 2022, 139(28): e52524.
- [26] ZHENG Y (郑勇), SUN L J (孙立君), PENG Z G (彭志刚), *et al.* Synthesis and evaluation of fluid loss additive SN-K for drilling fluid with high temperature resistance and salt tolerance and inhibitory effect[J]. *Fine Chemicals (精细化工)*, 2017, 34(2): 220-226.

(上接第 2181 页)

- [6] LIU X B, TANG L, CHEN Y T, *et al.* Solvent-free templated synthesis of core-crosslinked star-shaped polymers in supramolecular body-centered cubic phase[J]. *Macromolecular Rapid Communications*, 2023, 44(1): 2200292.
- [7] SHAO Y, HAN D, YAN X, *et al.* Phase behaviors of multi-tailed B2AB2-type regio-isomeric giant surfactants at the columnar-spherical boundary[J]. *Chinese Journal of Chemistry*, 2021, 39(12): 3261-3268.
- [8] SHAO Y, HOU B, LI W Y, *et al.* Three-component bolaform giant surfactants forming lamellar nanopatterns with sub-5 nm feature sizes[J]. *Macromolecules*, 2023, 56(4): 1562-1571.
- [9] TANG W (唐雯), YUE K (岳衍), CHENG Z D (程正迪), *et al.* Molecular topology effects in self-assembly of giant surfactants[J]. *Acta Polymerica Sinica (高分子学报)*, 2018(8): 15-28.
- [10] DU Z (杜桢), WANG L (王岚), YE Z S (叶祖山), *et al.* Self-assembly of aiant surfactants in aolution[J]. *Polymer Materials Science and Engineering (高分子材料科学与工程)*, 2021, 37(1): 157-168.
- [11] SHAN W P, ZHANG W, HUANG M J, *et al.* Fine-tuned order-order phase transitions in giant surfactants *via* interfacial engineering[J]. *Giant*, 2020, 1: 100002.
- [12] ZHANG W, ZHANG S L, GUO Q Y, *et al.* Multilevel manipulation of supramolecular structures of giant molecules *via* macromolecular composition and sequence[J]. *ACS Macro Letters*, 2018, 7(6): 635-640.
- [13] WANG M Y, CHI H, KS J, *et al.* Progress in the synthesis of bifunctionalized polyhedral oligomeric silsesquioxane[J]. *Polymers*, 2019, 11(12): 2098.
- [14] WANG C B (王纯标), FENG Y (冯宇), CHI Q G (迟庆国). Application of polyhedral oligomeric silsesquioxane in polymer modification[J]. *New Chemical Materials (化工新型材料)*, 2023, 51(8): 79-82.
- [15] WANG J, ZHOU D L, LIN X, *et al.* Preparation of low-*k* poly (dicyclopentadiene) nanocomposites with excellent comprehensive properties by adding larger POSS[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2022, 439: 135737.
- [16] HOU B, YAN X J, HE J L, *et al.* Self-assembly of three-component bolaform giant surfactants with branched architectures[J]. *Giant*, 2023, 15: 100165.
- [17] YAN X J, HOU B, SHAO Y, *et al.* ABC-type, bola-form giant surfactants: Synthesis and self-assembly[J]. *Macromolecular Rapid Communications*, 2023, 44(1): 2200319.
- [18] LI Z X, FU Y, LI Z, *et al.* Froth flotation giant surfactants[J]. *Polymer*, 2019, 162: 58-62.
- [19] HOU H H, LI J, LI X M, *et al.* Interfacial activity of amine-functionalized polyhedral oligomeric silsesquioxanes (POSS): A simple strategy to structure liquids[J]. *Angewandte Chemie*, 2019, 131(30): 10248-10253.
- [20] LUO Y M (罗咏梅), LI Y (李扬), ZHOU Q (周琴), *et al.* Effect of carbon fiber treated with POSS on properties of polyimide composites[J]. *Plastics Science and Technology (塑料科技)*, 2018, 46(9): 67-72.
- [21] MU Y F, ZHU K, LUAN J S, *et al.* Fabrication of hybrid ultrafiltration membranes with improved water separation properties by incorporating environmentally friendly taurine modified hydroxyapatite nanotubes[J]. *Journal of Membrane Science*, 2019, 577: 274-284.
- [22] CHENG Y Q, XUE L N, NIU C R, *et al.* Synthesis and properties of a novel asymmetric Gemini surfactant based on siloxane skeleton[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2019, 296: 112073.
- [23] ZHANG Q M (张其梅), ZHANG J (张俊), BO G F (博冠锋), *et al.* Preparation and properties of P-N-POSS environmental friendly flame retardant[J]. *Shandong Chemical Industry (山东化工)*, 2022, 51(20): 58-60, 64.
- [24] GUO R (郭睿), LIU X Y (刘雪艳), GAO W W (高弯弯), *et al.* Synthesis and surface activity of a fluorinated quaternary ammonium salt surfactant[J]. *Fine Chemicals (精细化工)*, 2019, 36(12): 2411-2417.
- [25] Standards Press of China. Surface active agents-determination of surface tension: GB/T 22237—2008[S]. Beijing: China Standard Press (中国标准出版社), 2008.
- [26] YAO Y L (姚亚琳), LIU J (刘晶), WANG P P (王胖胖), *et al.* Study on effect of POSS on ablation properties of carbon/phenolic composite[J]. *Composites Science and Engineering (复合材料科学与工程)*, 2022, 5: 92-97, 119.
- [27] YU M L (余茂林), SUN H (孙皓), LUO S (罗盛), *et al.* Preparation and properties of modified silica sol-styrene-acrylicemulsion reflective insulation coatings[J]. *Fine Chemicals (精细化工)*, 2021, 38(11): 2277-2283.
- [28] ZOU K R (邹凯然), XU B (徐斌), FAN B M (樊保民), *et al.* Synthesis and properties of polyepoxysuccinic acid derivative green scale inhibitor[J]. *Industrial Water Treatment (工业水处理)*, 2021, 41(5): 109-113.
- [29] CAO Y M (曹玉朋), YANG W G (杨伟光), JIANG Y J (姜亚洁), *et al.* Synthesis and properties of a zwitterionic Gemini surfactant[J]. *Fine Chemicals (精细化工)*, 2021, 38(2): 335-340.
- [30] WANG J (王骏), GAO R (高冉), YU J (余洁), *et al.* Construction and properties of sour jujube kerneoil microemulsion system[J]. *Journal of Wuhan Polytechnic University (武汉轻工大学学报)*, 2024, 43(2): 11-17, 26.