

延迟交联凝胶研制及其在广西某铀矿堵漏应用

熊正强¹, 陶士先¹, 刘俊辉², 李晓东¹, 薛倩冰³

(1.北京探矿工程研究所,北京 100083; 2.核工业二三〇研究所,湖南长沙 410007;
3.中国地质科学院勘探技术研究所,河北廊坊 065000)

摘要:针对地质钻探小井眼条件下失返性漏失堵漏技术难题,开展了适用于地质钻探堵漏要求的聚合物交联凝胶研究。采用单因素优选法,优选了交联凝胶体系用各种处理剂,并以环保型植物胶 GJ 为成胶剂,加入交联控制剂 N1 及交联剂 1 号等组分,研制了一种延迟交联凝胶。该凝胶在广西某铀矿勘查 ZK6-37-1 孔堵漏成功应用,解决了 2 个孔段失返性漏失问题。研究结果表明,该凝胶具有交联时间可控(交联时间 10~75 min)以及较高的凝胶强度(承压 ≥ 6 MPa),在解决失返性漏失方面具有广阔的应用前景。

关键词:地质钻探;延迟交联凝胶;堵漏;失返性漏失;植物胶

中图分类号:P634.6⁺4 **文献标识码:**A **文章编号:**1672-7428(2020)04-0140-05

Development and application of delayed crosslinked gel for lost circulation treatment

XIONG Zhengqiang¹, TAO Shixian¹, LIU Junhui², LI Xiaodong¹, XUE Qianbing³

(1.Beijing Institute of Exploration Engineering, Beijing 100083, China;

2.Changsha Uranium Geology Research Institute, CNNC, Changsha Hunan 410007, China;

3.Institute of Exploration Techniques, CAGS, Langfang Hebei 065000, China)

Abstract: Aimed at the technical problem with lost circulation treatment in geological drilling, study has been carried out on polymer crosslinked gel. Utilizing the single factor method, the different additives for crosslinked gel systems has been optimized. With environment-friendly vegetable gum as gelation agent, a kind of delayed crosslinked gel has been prepared by adding crosslinking control agent N1 and crosslinking agent No.1. This gel was successful applied in the field plugging test of Guangxi Uranium exploration hole ZK6-37-1, and the problem of lost return has been resolved. Research results indicate that this gel has controlled cross-linking time(10 to 75min), higher gel strength (≥ 6 MPa), and has a broad application prospect in solving lost return.

Key words: geological drilling; delayed crosslinked gel; lost circulation treatment; lost return; vegetable gum

0 引言

地层漏失是地热、油气及金属矿等钻探中经常遇到的共同问题。根据漏失地层通道的基本形态,主要分为孔隙型漏失、裂缝型漏失和洞穴型漏失三类。对地质钻探小井眼堵漏而言,孔隙型漏失及非失返性裂缝型漏失问题已得到较好解决。而对于失

返性裂缝型漏失及洞穴型漏失问题,目前主要采用水泥、稠浆堵漏、桥塞堵漏、化学固结堵漏及膨胀套管封隔堵漏等堵漏技术^[1-7],但堵漏效果不稳定、成功率不高。例如,水泥堵漏常常因为漏失通道大、地层压力低,水泥浆流失掉而无法发挥作用或被地下水稀释而不能固化,导致堵漏失败。聚合物凝胶堵

收稿日期:2020-01-19; 修回日期:2020-03-21 DOI:10.12143/j.tkgc.2020.04.021

基金项目:国家重点研发计划项目“5000 米智能地质钻探技术装备研发及应用示范”课题六“绿色环保冲洗液体系与废浆处理技术”(编号:2018YFC0603406)

作者简介:熊正强,男,汉族,1985 年生,工程师,应用化学专业,硕士,从事钻井液材料研究与应用工作,北京市海淀区学院路 29 号探工楼, xiongzhq1012@126.com。

通信作者:陶士先,女,汉族,1964 年生,教授级高级工程师,从事钻井液材料研究与应用工作,北京市海淀区学院路 29 号探工楼,13641250082@139.com。

引用格式:熊正强,陶士先,刘俊辉,等.延迟交联凝胶研制及其在广西某铀矿堵漏应用[J].探矿工程(岩土钻掘工程),2020,47(4):140-144.

XIONG Zhengqiang, TAO Shixian, LIU Junhui, et al. Development and application of delayed crosslinked gel for lost circulation treatment[J]. Exploration Engineering (Rock & Soil Drilling and Tunneling), 2020,47(4):140-144.

漏作为一种较新型的化学堵漏技术,堵漏时对漏失通道的适应性强,通过聚合物与交联剂交联形成具有粘滞性的粘弹体实现堵漏的目的,在解决失返性漏失及含地下水的漏层方面具有广阔的应用前景。但是,现有聚合物凝胶主要用于油气井堵漏及堵水调剖,存在环保性较差(丙烯酰胺单体有毒)^[8-11]、聚丙烯酰胺交联凝胶的交联时间过长^[12-14]、魔芋胶类植物胶交联凝胶及羟丙基瓜尔胶类交联凝胶的交联时间过长或过短^[15-17]等问题,难以满足不同深度漏失地层堵漏作业需求。因此,亟需开展适用于地质钻探堵漏要求的聚合物交联凝胶研究。

本文以环保型植物胶为成胶剂,加入交联控制剂及交联剂等组分,研制了一种交联时间 10~75 min 可调型延迟交联凝胶,并在广西某铀矿勘查孔堵漏现场应用,解决了两个孔段失返性漏失问题。

1 延迟交联凝胶研制

延迟交联凝胶体系主要由成胶剂、增强剂、增韧

剂、交联剂及交联控制剂等组成。该凝胶具有延迟交联的特性,主要是通过交联控制剂与交联剂中金属离子络合作用而使得金属离子释放速度减慢,从而控制成胶剂分子链上的亲水基团与金属离子的交联反应速度。

1.1 成胶剂优选

分别以聚丙烯酰胺、生物胶及植物胶为成胶剂,通过加入不同类型的交联剂,记录成胶剂与交联剂的交联时间,并观察交联后凝胶的强度,结果见表 1。具体优选实验方法为:向 250 mL 烧杯中加入 100 mL 自来水、并将烧杯放入 25 °C 恒温水浴锅中,然后加入一定量的成胶剂,并不断用玻璃棒搅拌,待成胶剂充分分散在水中后,再加入一定量的交联剂,以玻璃棒能完全将凝胶挑舌对应的时间记为交联时间(下同)。

从表 1 可看出,采用植物胶 GJ 作为成胶剂,与有机硼交联后的凝胶强度最佳。因此,优选植物胶 GJ 作为延迟交联凝胶体系用成胶剂。

表 1 不同成胶剂交联后性能对比

Table 1 Performance comparison of crosslinked gel with different gelation agents

成胶剂	配 方	交联时间	备 注
聚丙烯酰胺	水+0.3%NW901+0.3%有机铬交联剂	18 h 未交联	
	水+0.3%NW901+0.3%有机铝交联剂	18 h 未交联	
	水+0.3%NW901+0.3%氯化铬	18 h 未交联	
生物胶 HY	水+0.3%HY+0.2%氯化铬	40 min	凝胶强度差、析水
	水+0.5%HY+0.5%复合有机铬交联剂	22 h 未交联	
	水+0.5%HY+0.2%NaOH+0.5%有机硼交联剂	22 h 未交联	
植物胶 TJ	水+0.6%TJ+0.5%有机硼交联剂	7 min	凝胶强度一般
植物胶 GJ	水+0.6%GJ+0.4%有机硼交联剂	10 s	凝胶强度较好
	水+0.6%GJ+0.1%NaOH+0.4%有机硼交联剂	32 s	

1.2 交联剂优选

在植物胶 GJ 溶液中分别加入不同类型的交联剂,记录交联时间,并观察交联后凝胶的强度,结果见表 2。具体优选实验方法为:向 250 mL 烧杯中加入 100 mL 自来水、并将烧杯放入 25 °C 恒温水浴锅中,然后加入 0.6 g 植物胶 GJ,并不断用玻璃棒搅拌,待植物胶 GJ 充分分散在水中后,再加入 0.4 g 交联剂。

从表 2 可看出,植物胶 GJ 与交联剂 1 号交联时间最佳,且交联后的凝胶强度最好。因此,优选交联剂 1 号作为交联凝胶体系用交联剂。

1.3 延迟交联凝胶配方优化

采用上述优选方法优选出增强剂 NB、增韧剂

表 2 不同交联剂与植物胶交联后性能对比

Table 2 Performance comparison of vegetable crosslinked gel with different crosslinking agents

交联剂名称	交联时间	备 注
有机硼	10 s	凝胶强度较好
钛酸酯类	3 s	凝胶强度高
有机铬	18 h 未交联	
氯化铬	18 h 未交联	
氯化铝	18 h 未交联	
交联剂 1 号	17 min	凝胶强度高

MX-1 及交联控制剂 N1,并最终确定交联凝胶体系中的组分为植物胶 GJ、增强剂 NB、增韧剂 MX-1、交联剂 1 号及交联控制剂 N1。采用正交试验法开展 25 °C 下延迟交联凝胶体系配方优化研究,优选

出1套交联时间10~75 min可调型延迟交联凝胶体系配方,具体为:水+0.8%~1.0%植物胶GJ+1%~2%增强剂NB+0.5%~1%增韧剂MX-1+0~0.05%交联控制剂N1+0.3%~0.5%交联剂1号。交联后的凝胶呈果冻状、粘弹性好,具体状态见图1。



图1 交联后的凝胶状态

Fig.1 Gel state after crosslinking

2 延迟交联凝胶堵漏性能评价

对上述优化配方的交联凝胶,25℃时交联时间为75 min,进行不同砂床堵漏效果评价。

采用 GGS71-B 型高温高压滤失仪(橡胶管线最高耐压7 MPa)作为凝胶堵漏模拟评价装置,向滤失仪釜体内分别加入100 g不同目数的石英砂,摇晃均匀后,再加入200 mL配制好的延迟交联凝胶体系;等待凝胶体系交联3 h后,加入150 mL 5%膨润土基浆(加入少量甲基橙染色、便于区分滤液中凝胶与膨润土浆)。逐渐施加压力,并记录30 min时的滤液体积,结果详见表3。

表3 延迟交联凝胶封堵砂床效果

Table 3 Sealing effect of delayed crosslinked gel in sand beds

石英砂目数/ 目	承压能力/ MPa	滤液体积/ mL	釜内剩余基浆 体积/mL
6~10	6	4	148
10~20	6	20	138
20~40	6	38	134

从表3可看出,随着石英砂粒径及砂床孔隙度的增加,滤液体积逐渐减小。这说明延迟交联凝胶对于封堵不同孔隙大小的砂床具有良好的堵漏效果,承压能力可达6 MPa,而且承压后砂床强度高、凝胶完整、强度未见明显变化(见图2)。



图2 6 MPa压力下凝胶封堵砂床后状态

Fig.2 Gel state after sealing sand beds at 6 MPa

3 现场应用

在广西某铀矿勘查 ZK6-37-1 孔进行了凝胶堵漏技术现场试验,采用延迟交联凝胶成功堵住该孔195~199及270~275 m孔段2个失返性漏失层位,孔口返浆量明显增大。

3.1 钻孔基本情况

ZK6-37-1孔设计孔深580 m,倾角78°。采用XY-4型立轴式钻机及BW-250型泥浆泵,二开 $\varnothing 73$ mm套管下至59.40 m,三开采用“ $\varnothing 60$ mm钻头+ $\varnothing 56$ mm钻杆”钻具组合及绳索取心钻进直至终孔。

3.2 漏失问题

该孔自176 m以深地层破碎,在195~199 m及270~275 m两个孔段出现失返性漏失(岩心见图3)。其中,在195~199 m孔段使用水泥封孔2次,均未能堵漏成功。

3.3 堵漏及效果

根据漏层位置及钻孔直径、计算出堵漏所需凝胶体积及顶替浆体积。通过现场试验,最终取得了以下堵漏效果。

3.3.1 195~199 m孔段堵漏

首先,将 $\varnothing 56$ mm钻杆下至孔深170 m。再配制0.6 m³延迟交联凝胶(交联时间40 min),待其在地面交联25 min后,通过泥浆泵(泵量为52 L/min)将延迟交联凝胶泵入孔内。然后,待延迟交联凝胶



(a) 195~199 m孔段岩心



(b) 270~275 m孔段岩心

图 3 漏失孔段岩心照片

Fig.3 Cores from circulation loss borehole sections

接近交联时再泵入顶替浆(0.28 m³),将凝胶挤入漏失层,泵压逐渐上升至 0.8 MPa。停泵等待 8 h 后,下钻开泵循环,孔口由不返浆变成返浆,扫孔到底后正常钻进,返浆量逐渐增至正常泥浆量的 1/2。

3.3.2 270~275 m 孔段堵漏

首先,将 $\varnothing 56$ mm 钻杆下至孔深 264 m。再配制 0.17 m³ 延迟交联凝胶(交联时间 10 min),待延迟交联凝胶在地面先交联 2~3 min 后,采用小桶将未交联的凝胶直接倒入孔内,上提钻具 18 m 后,开泵循环加压,扫孔至孔底后,孔口由不返浆变成返浆。加杆钻进,返浆量逐渐增大至正常泥浆量的 2/3。

4 结论

(1)通过对处理剂筛选及凝胶配方优化研究,研制了一套交联时间 10~75 min 可调型延迟交联凝胶体系,具体配方为:水+0.8%~1.0%植物胶 GJ+1%~2%增强剂 NB+0.5~1%增韧剂 MX-1+0~0.05%交联控制剂 N1+0.3~0.5%交联剂 1 号。该交联凝胶具有交联时间可控、较强的粘附性及较高的凝胶强度等特点。

(2)延迟交联凝胶在广西某铀矿勘查 ZK6-37-1 孔现场堵漏应用取得了显著的效果,成功堵住该孔 195~199 及 270~275 m 孔段两个失返性漏失层位,孔口返浆量明显增大。

参考文献(References):

- [1] 陶士先,刘四海,胡继良.地质钻探堵漏新技术的初步研究[J].探矿工程(岩土钻掘工程),2012,39(11):13-15.
TAO Shixian, LIU Sihai, HU Jiliang. Preliminary study on control of lost circulation for the geological drilling[J]. Exploration Engineering (Rock & Soil Drilling and Tunneling), 2012,39(11):13-15.
- [2] 熊正强,陶士先,李艳宁,等.国内外冲洗液技术研究与应用进展[J].探矿工程(岩土钻掘工程),2016,43(5):6-12.
XIONG Zhengqiang, TAO Shixian, LI Yanning, et al. Progress in research and application of flushing fluid technology both in China and abroad[J]. Exploration Engineering (Rock & Soil Drilling and Tunneling), 2016,43(5):6-12.
- [3] 王中华.复杂漏失地层堵漏技术现状及发展方向[J].中外能源,2014,19(1):39-48.
WANG Zhonghua. The status and development direction of plugging technology for complex formation lost circulation[J]. Sino-Global Energy, 2014,19(1):39-48.
- [4] 左文贵,朱林,吴兵良,等.聚合物凝胶堵漏剂在大裂隙溶洞地层中的研究及应用[J].探矿工程(岩土钻掘工程),2018,45(9):19-24.
ZUO Wengui, ZHU Lin, WU Bingliang, et al. Polymer gel plugging agent used in formation with large size caverns and fractures[J]. Exploration Engineering (Rock & Soil Drilling and Tunneling), 2018,45(9):19-24.
- [5] 李锦峰.恶性漏失地层堵漏技术研究[J].探矿工程(岩土钻掘工程),2019,46(5):19-27.
LI Jinfeng. The status and development direction of plugging technology for severe circulation loss formation[J]. Exploration Engineering (Rock & Soil Drilling and Tunneling), 2019,46(5):19-27.
- [6] 郭钢,李琼玮,周志平.聚合物树脂在套管堵漏中的应用[J].油田化学,2019,36(4):755-760.
GUO Gang, LI Qiongwei, ZHOU Zhiping. Application of polymer resin on casing plugging[J]. Oilfield Chemistry, 2019,36(4):755-760.
- [7] 吴柳根,宁学涛,唐明.等井径膨胀套管技术应急应用研究[J].钻采工艺,2013,36(6):1-4.
WU Liugen, NING Xuetao, TANG Ming. Research on emergency application of equal-well diameter expansion casing[J]. Drilling & Production Technology, 2013,36(6):1-4.
- [8] 刘祥,王永鹤,王家祥.新型地层内聚合堵水剂的室内研究[J].石油天然气学报,2014,36(2):153-156.
LIU Xiang, WANG Yonghe, WANG Jiexiang. Laboratory study on water shutoff agent of underground synthesis gelling [J]. Journal of Oil and Gas Technology, 2014,36(2):153-156.
- [9] Bai B, Zhou J, Yin M. A comprehensive review of polyacrylamide polymer gels for conformance control[J]. Petroleum Exploration and Development, 2015,42(4):525-532.
- [10] 伍亚军,马淑芬,张建军,等.单体复合凝胶在裂缝型油藏侧钻井中的应用[J].特种油气藏,2015,22(4):137-139.
WU Yajun, MA Shufen, ZHANG Jianjun, et al. Application of monomer composite gel in side drilling of fracture reservoir[J]. Special Oil and Gas Reservoirs, 2015,22(4):137-

- 139.
- [11] 郑军,何涛,王琪,等.地下合成凝胶堵漏性能研究[J].钻采工艺,2010,33(4):102-104.
ZHENG Jun, HE Tao, WANG Qi, et al. Research on plugging ability of underground synthesis gelling[J]. Drilling & Production Technology, 2010,33(4):102-104.
- [12] Simjoo M, Vafaie Sefti M, Davvand Koochi A, et al. Polyacrylamide gel polymer as water shut-off system: preparation and investigation of physical and chemical properties in one of the Iranian oil reservoirs conditions[J]. Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering, 2007,26(4):99-108.
- [13] 曹晓春,李信任,秦义,等.聚合物凝胶堵漏剂的研究及应用[J].当代化工,2015,44(11):2572-2577.
CAO Xiaochun, LI Beiren, QIN Yi, et al. Research and application of polymer gel plugging agent[J]. Contemporary Chemical Industry, 2015,44(11):2572-2577.
- [14] 陈曦,谭国锋.油田堵水复合铝凝胶制备及性能评价[J].精细石油化工进展,2012,13(2):8-11.
CHEN Xi, TAN Guofeng. Preparation of and performance evaluation on composite alumina gel for oilfield water shutoff application[J]. Advances in Fine Petrochemicals, 2012,13(2):8-11.
- [15] 王松,张凡.改性高分子魔芋粉堵漏剂在石油开发中的应用[J].精细石油化工进展,2002,3(5):15-17,14.
WANG Song, ZHANG Fan. Application of modified konjaku flour in development of petroleum[J]. Advances in Fine Petrochemicals, 2002,3(5):15-17,14.
- [16] 王松.无固相凝胶堵剂 NSG-2 的合成与性能评价[J].特种油气藏,2004,11(3):76-78.
WANG Song. Preparation and performance of NSG-2 solid-free gel plugging agent[J]. Special Oil & Gas Reservoirs, 2004,11(3):76-78.
- [17] Mokhtari M, Ozbayoglu M E. Laboratory investigation on gelation behavior of xanthan crosslinked with borate intended to combat lost circulation[C]// SPE Production and Operations Conference and Exhibition. Society of Petroleum Engineers, 2010, SPE136094.

(编辑 韩丽丽)

(上接第 121 页)

- [20] Codetta-Raiteri D, Portinale L. Dynamic Bayesian networks for fault detection, identification, and recovery in autonomous spacecraft[J]. IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics: Systems, 2014,45(1):13-24.
- [21] Zhang H, Zhang Q, Liu J, et al. Fault detection and repairing for intelligent connected vehicles based on dynamic Bayesian network model[J]. IEEE Internet of Things Journal, 2018,5(4):2431-2440.
- [22] Zhang Q, Zhou C, Tian Y C, et al. A fuzzy probability Bayesian network approach for dynamic cybersecurity risk assessment in industrial control systems[J]. IEEE Transactions on Industrial Informatics, 2017,14(6):2497-2506.
- [23] Khakzad N, Khan F, Amyotte P. Quantitative risk analysis of offshore drilling operations: A Bayesian approach[J]. Safety Science, 2013,57:108-117.
- [24] Wu S, Zhang L, Zheng W, et al. A DBN-based risk assessment model for prediction and diagnosis of offshore drilling incidents[J]. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2016,34:139-158.
- [25] Sule I, Imtiaz S, Khan F, et al. Risk analysis of well blowout scenarios during managed pressure drilling operation[J]. Journal of Petroleum Science and Engineering, DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106296, 2019.
- [26] Wu S, Zhang L, Fan J, et al. Real-time risk analysis method for diagnosis and warning of offshore downhole drilling incident[J]. Journal of Loss Prevention in the Process Industries, DOI: 10.1016/j.jlp.2019.103933, 2019.
- [27] Ambrus A, Ashok P, Ramos D, et al. Self-learning probabilistic detection and alerting of drillstring washout and pump failure incidents during drilling operations[C]// IADC/SPE Drilling Conference and Exhibition. Society of Petroleum Engineers, 2018.
- [28] Ashkok P, Behounek M. An artificial intelligence belief system reduces nonproductive time[J]. Journal of Petroleum Technology, 2018,70(10):18-20.

(编辑 王建华)