

清洁压裂液返排液配制强抑制性钻井液研究

张洁¹,张凡¹,赵毅²,都伟超^{1,2},陈刚^{1,3}

(1. 西安石油大学化学化工学院,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. 陕西省环境保护公司,陕西西安710021;3. 石油石化污染物控制与处理国家重点实验室,中国石油安全环保技术研究院,北京102206)

摘要:压裂返排液液量大,易造成环境污染,其处理难度大,处理成本高。针对此问题,研究利用清洁压裂液返排液配制钻井液的工艺。通过正交实验、极差分析、单因素实验,优选出所配制的钻井液各项性能最佳的相应条件。线性膨胀率实验和泥球实验表明,清洁压裂液返排液配制的钻井液及其上清液都对膨润土的水化膨胀有较强的抑制作用,抑制性优于4% KCl溶液。

关键词:压裂返排液 钻井液 抑制性

中图分类号:TE254 **文献标志码:**A

Strong inhibition drilling fluid prepared by clean fracturing flowback fluid

ZHANG Jie¹, ZHANG Fan¹, ZHAO Yi², DU Weichao^{1,2}, CHEN Gang^{1,3}

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Shaanxi Key Laboratory of Environmental Pollution Control and Reservoir Protection in Oil and Gas Field, Xi'an Petroleum University, Xi'an 710065, China; 2. Shaanxi Environmental Protection Company, Xi'an 710021, China; 3. State Key Laboratory of Petroleum Pollution Control, CNPC Research Institute of Safety and Environmental Technology, Beijing 102206, China)

Abstract: According to the problems of large liquid volume, difficult treatment, high processing cost, and environmental pollution on flowback - fluid of clean fracturing, it is proposed a process of clean fracturing flowback - fluid reusing for preparing drilling fluid. The corresponding conditions of optimum performance of prepared drilling fluid were screened by orthogonal designed experiment, range analysis, and single - factor experiment. From linear bentonite swelling experiment and mud ball experiment, the results indicate that the drilling fluid prepared by the backflow - liquid of clean fracturing and its supernatant have a good inhibitory effect on the hydration expansion of clay, and the inhibition capability is better than that of 4% KCl solution.

Key words: fracturing flowback fluid; drilling fluid; inhibition

随着非常规致密油气藏、页岩气、页岩油的开发,对压裂液的要求越来越高,相对常规聚合物返排率低、地层伤害高等缺点^[1-6],清洁压裂液以其低摩阻、低伤害等优势得到大规模应用^[7-9]。它与常规的聚合物压裂液有很大不同,由长链季铵盐表面活性剂和反离子盐组成,配制简单;表面活性剂的分子量是胍胶分子量的五千分之一到一万分之一,本身无固相、残渣,对地层伤害小,属环保型压裂液;靠表面活性剂胶束结构可自动成胶、破胶;施工后返排速度较快,返排率高,甚至达100%;因属粘弹体而拥有优良的携砂性能^[10-11]。但是大规模的压力施工也产生了大量的返排液,其中返排液中含有无机盐、

季铵盐、表面活性剂及其他各种添加剂,如果随意外排或者不当处理,均会对环境造成一定的危害^[12]。随着国家对环境问题越来越重视,亟需实现压裂返排液无害化处理,推行清洁生产^[13]。

对压裂返排液的处理方法主要有处理达标后外

收稿日期:2018-11-16;改回日期:2019-01-12。

第一作者简介:张洁(1963—),女,教授,从事油气田化学教学与科研工作。E-mail: zhangjie@xsyu.edu.cn。

基金项目:国家自然科学基金项目“环保型聚糖-木质素钻井液体系的应用基础研究”(50874092)、陕西省教育厅科技服务地方专项(产业化培育项目)“杂多糖清洁钻井液在陕北油田定向井中的应用”(17JF025),等。

排和回用,而回用方向有重新配制压裂液、钻井液和回注等几种方式。压裂返排液处理后重新配制钻井液技术主要是针对胍胶和聚合物类压裂液。清洁压裂液返排液中含有大量季铵盐,对黏土的水化膨胀有强抑制作用,为保护膨润土配制的钻井液的稳定性,需要加入护胶剂,防止返排液中的季铵盐对钻井液产生絮凝。而对于富含黏土的地层,以清洁压裂液返排液配制的钻井液,季铵盐的抑制性得到有益的利用。用压裂返排液配制钻井液不仅解决了压裂返排液处理排放的成本和环境问题,还可以充分利用压裂返排液中的残余有效成分,实现钻井液的相应功能,具有显著的社会效益和经济效益。

1 实验部分

1.1 原料与仪器

钙基膨润土、钠基膨润土、络合剂、羧甲基纤维素钠(CMC)、改性胶粉、阳离子表面活性剂、植物酚、无水碳酸钠、氯化钾、水杨酸和苯甲酸。

GJSS-B12K型变频高速搅拌机、ZNN-D6型六速旋转黏度计、SD-6型多联中压滤失仪、NZ-3A黏滞系数测定仪、液体密度计、NP-01型常温常压膨胀量测定仪、FE28 pH计、FE38电导率仪。

1.2 模拟清洁压裂液返排液的配制

将一定量的KCl和阳离子表面活性剂混合均匀,加入一定量的水杨酸,充分交联后,在70℃下加入一定量苯甲酸进行破胶,直到破胶液的黏度小于5 mPa·s,静置备用。

1.3 清洁压裂液返排液配制钻井液及性能评价

分别配制8%、12%、16%、20%和24%的基浆,30℃下老化24 h备用;将络合剂和植物酚一定比例复配后加入清洁压裂液返排液中,将其pH值调成碱性,然后将清洁压裂液返排液和8%、12%、16%、20%和24%的基浆分别按1:1、2:1、3:1、4:1和5:1混合,混合均匀后,分别加入一定比例的CMC和改性胶粉,在30℃下老化12 h后,用低速搅拌器搅拌均匀,评价各个混合比例下的钻井液性能,优选出最佳混合比例。

在以上最优混合比例下,为使混合后钻井液的各项性能较好,实验中主要考察改性胶粉和CMC的加量、植物酚-络合剂复配比例,设计L9(3³)正交实验(见表1)。以表观黏度、塑性黏度、动切力和滤失量为评价指标,进行田口分析和极差分析确定反应的主要影响因素和较适宜反应条件。

依据国家标准GB/T16783.1-2014《石油天然

气工业钻井液现场测试第1部分:水基钻井液》,对水基钻井液性能进行评价。主要评价的性能包括:表观黏度(AV)、塑性黏度(PV)、动切力(YP)、动塑比(YP/PV)、API滤失量(FL)、滤饼摩阻(t_g)、电导率(κ)、pH值、密度(ρ)等^[14-16]。

表1 L9(3³)正交实验设计

实验序号	改性胶粉/%	CMC/%	植物酚-络合剂复配比例
1	1.5	0.10	1.5:0.03
2	1.5	0.15	1.5:0.02
3	1.5	0.20	1.5:0.01
4	1.0	0.10	1.5:0.02
5	1.0	0.15	1.5:0.01
6	1.0	0.20	1.5:0.03
7	0.5	0.10	1.5:0.01
8	0.5	0.15	1.5:0.03
9	0.5	0.20	1.5:0.02

1.4 清洁压裂液返排液配制的钻井液对黏土抑制性评价

线性膨胀率评价实验:称取8.0 g充分烘干的钠基膨润土,用压片机压成样片(10 MPa下压5 min),取出样片,测量样片厚度 H_0 ,用NP-01型常温常压膨胀量测定仪测量样片1.5 h的膨胀量 H_1 ,根据公式1计算样片的线性膨胀率^[17]。

$$H_r = \frac{H_1}{H_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: H_r 为黏土的线性膨胀率; H_1 为黏土的膨胀量,mm; H_0 为黏土片厚度,mm。

泥球实验:将钠基膨润土在105℃下烘2 h,然后以二比一的质量比,将钠膨润土与蒸馏水均匀混合,揉成大约10 g的泥球,置入装有不同液体的烧杯中,每隔一定时间记录现象并拍照。

2 结果与讨论

2.1 清洁压裂液返排液与基浆混合筛选

将压裂返排液和不同比例的基浆混合,考察混合后的钻井液性能,优选出最适宜的混合比例,结果如表2所示。

根据表2中的数据,可以得出相对于返排液和20%基浆以4:1混合,返排液与8%和12%的基浆按1:1和2:1混合后,钻井液的表观黏度和塑性黏度较大;返排液与16%和24%基浆按3:1和5:1混

合后,滤失量较大。为了使钻井液的表观黏度、塑性黏度、动切力和滤失量相对于其他比例下总体较好,

又能充分利用返排液,返排液和 20% 的基浆按 4:1 混合配制钻井液较好。

表 2 不同比例清洁压裂液返排液与基浆混合后的钻井液性能评价

混合比例	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	YP/PV	pH	$\kappa/(mS\cdot cm^{-1})$	$\rho/(g\cdot cm^{-3})$	t_g	FL/mL
1:1	19.7	17.2	2.5	0.25	9.33	15.52	1.041	0.1051	4.0
2:1	19.5	16.0	3.5	0.29	9.28	20.10	1.045	0.1405	4.6
3:1	15.8	14.6	1.2	0.06	9.28	23.10	1.042	0.1139	6.6
4:1	14.7	13.4	1.4	0.18	9.46	23.79	1.045	0.0963	6.0
5:1	18.0	15.0	3.0	0.17	9.38	24.64	1.044	0.1228	8.4

2.2 清洁压裂液返排液与 20% 基浆混合的钻井液性能评价

清洁压裂液返排液与基浆混合后的钻井液性能主要受 CMC 加量、改性胶粉加量和植物酚-络合剂

复配比例的影响。

为了分析各个条件对钻井液性能影响的主次关系,优选配制条件,采用正交实验对各因素进行考察,结果如表 3 所示。

表 3 正交实验评价结果

序号	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	YP/PV	pH	$\kappa/(mS\cdot cm^{-1})$	$\rho/(g\cdot cm^{-3})$	t_g	FL/mL
1 [#]	16.7	15.4	1.3	0.08	8.74	13.74	1.038	0.2035	9.4
2 [#]	20.5	17.0	3.5	0.21	9.21	14.12	1.042	0.1139	4.2
3 [#]	32.6	25.2	7.4	0.29	9.15	14.83	1.054	0.0875	2.4
4 [#]	14.1	12.2	1.9	0.16	8.58	14.90	1.035	0.1051	7.0
5 [#]	17.5	15.0	2.5	0.17	9.04	14.66	1.037	0.1405	12.0
6 [#]	19.4	13.8	6.1	0.44	9.02	15.02	1.041	0.1139	3.2
7 [#]	11.6	10.2	1.4	0.14	8.91	15.32	1.030	0.1495	9.6
8 [#]	13.8	11.6	2.2	0.19	8.87	14.95	1.034	0.1228	14.8
9 [#]	17.0	13.0	4.0	0.31	9.22	15.11	1.039	0.1051	15.2

根据表 3 中的数据,采用极差法对反应结果进行分析,优选反应条件。正交实验的 AV、PV、YP 和 FL 的均值响应分别如表 4、表 5、表 7 和表 9 所示。

表 4 AV 均值响应

水平	改性胶粉/%	CMC/%	植物酚-络合剂复配比例
1	14.13	14.13	16.63
2	17.00	17.27	17.20
3	23.27	23.00	20.57
Delta	9.13	8.87	3.93
排序	1	2	3

表 5 PV 均值响应

水平	改性胶粉/%	CMC/%	植物酚-络合剂复配比例
1	11.60	12.60	13.60
2	13.67	14.53	14.07
3	19.20	17.33	16.80
Delta	7.60	4.73	3.20
排序	1	2	3

通过正交实验和极差分析,对于 AV 和 PV,由表 4 和表 5 可以得到改性胶粉为主要影响因素,其次是 CMC,植物酚-络合剂复配比例影响最弱。正交实验所得反应条件:0.5% 改性胶粉,0.10% CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.03,固定 0.10%

CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.03,通过改变改性胶粉的加量进行钻井液性能评价。考察不同加量对清洁压裂液返排液与 20% 基浆混合后配制的钻井液的 AV 和 PV 的影响,结果如表 6 所示。

表 6 改性胶粉加量对钻井液 AV 和 PV 的影响

改性胶粉加量/%	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	YP/PV	pH	$\kappa/(mS \cdot cm^{-1})$	$\rho/(g \cdot cm^{-3})$	t_g	FL/mL
0.5	9.3	8.8	0.5	0.05	8.53	14.90	1.026	0.0963	8.2
1.0	17.8	15.8	1.8	0.11	8.52	14.63	1.038	0.1139	6.0
1.5	19.6	16.2	3.4	0.21	8.49	14.37	1.041	0.1405	4.8
2.0	27.2	21.4	5.8	0.27	8.42	14.06	1.046	0.1051	3.4
2.5	30.5	25.0	5.5	0.22	8.47	15.20	1.050	0.1228	2.8

由表 6 数据可见,当改性胶粉的加量为 1.5% 时,清洁压裂液返排液和 20% 基浆混合后的钻井液的 AV 和 PV 较适宜,并且钻井液的其他性能也较好。因此,改性胶粉的最适加量为 1.5%。清洁压裂液返排液和 20% 基浆混合后配制钻井液的最适条件为:1.5% 改性胶粉,0.5% CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.03。

通过正交实验和极差分析,CMC 为主要影响因素,其次是改性胶粉,植物酚-络合剂复配比例影响最弱(表 7)。所得反应条件:1.5% 改性胶粉,0.2%

CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.01,通过单因素实验确定 CMC 的最佳加量,结果如表 8 所示。

表 7 YP 均值响应

水平	改性胶粉/%	CMC/%	植物酚-络合剂复配比例
1	2.533	1.533	3.200
2	3.500	2.733	3.133
3	4.067	5.833	3.767
Delta	1.533	4.300	0.633
排序	2	1	3

表 8 CMC 加量对钻井液动切力的影响

CMC 加量/%	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	YP/PV	pH	$\kappa/(mS \cdot cm^{-1})$	$\rho/(g \cdot cm^{-3})$	t_g	FL/mL
0.05	10.5	10.2	0.3	0.01	8.49	13.95	1.029	0.0963	6.0
0.10	12.5	12.0	0.5	0.04	8.70	14.97	1.032	0.1228	5.0
0.15	16.4	15.0	1.4	0.10	8.62	14.63	1.036	0.1139	4.2
0.20	27.3	21.6	7.1	0.33	8.59	15.01	1.041	0.1317	3.2
0.25	31.7	23.6	8.1	0.34	8.48	13.88	1.046	0.1495	2.4

由表 8 数据可见,随着 CMC 加量的增加,钻井液的动切力逐渐变大,当 CMC 的加量为 0.2% 时,清洁压裂液返排液和 20% 基浆混合后的钻井液的动切力较大,并且钻井液的其他性能也较好。因此,清洁压裂液返排液和 20% 基浆混合后配制的钻井液最适条件为:1.5% 改性胶粉,0.2% CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.01。

通过正交实验和极差分析,由表 9 可以得到改性胶粉为主要影响因素,其次是 CMC,植物酚-络合剂复配比例影响最弱。正交实验所得反应条件:1.5% 改性胶粉,0.2% CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.01,由此通过单因素实验确定改性胶粉的

最佳加量,结果如表 10 所示。

表 9 FL 均值响应

水平	改性胶粉/%	CMC/%	植物酚-络合剂复配比例
1	13.200	9.133	9.133
2	7.400	10.333	8.800
3	5.333	6.933	8.000
Delta	7.867	3.400	1.133
排序	1	2	3

表 10 改性胶粉加量对钻井液滤失量的影响

改性胶粉加量/%	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	YP/PV	pH	$\kappa/(mS \cdot cm^{-1})$	$\rho/(g \cdot cm^{-3})$	t_g	FL/mL
0.5	14.2	11.6	2.6	0.22	8.58	17.58	1.037	0.1405	5.8
1.0	15.5	13.2	2.3	0.17	9.47	19.28	1.038	0.1139	4.4
1.5	28.2	21.8	6.4	0.29	8.93	18.52	1.045	0.1228	3.6
2.0	29.6	22.6	7.0	0.31	8.37	17.19	1.045	0.0963	3.0
2.5	32.6	24.8	7.8	0.31	8.59	17.96	1.048	0.1584	2.4

由表 10 数据可见,随着改性胶粉加量的增加,钻井液的滤失量逐渐变小,当改性胶粉的加量为 1.0% 时,钻井液的滤失量较小,并且钻井液的其他

性能也较好。因此,清洁压裂液返排液和 20% 基浆混合后配制的钻井液适条件为:1.0% 改性胶粉,0.2% CMC,植物酚-络合剂复配比例 1.5:0.01。

表 11 清洁压裂液返排液配制的钻井液在不同温度下的钻井液性能评价结果

温度/℃	AV/(mPa·s)	PV/(mPa·s)	YP/Pa	YP/PV	pH	$\kappa/(mS \cdot cm^{-1})$	$\rho/(g \cdot cm^{-3})$	t_g	FL/mL
30	20.6	14.2	3.20	0.23	9.04	14.35	1.049	0.1051	3.2
90	13.7	11.4	1.65	0.14	8.57	15.42	1.046	0.1584	4.0
120	8.6	8.4	0.10	0.01	7.84	17.05	1.042	0.1853	3.8
150	6.6	6.2	0.20	0.03	7.78	15.19	1.039	0.1495	5.6
180	7.4	7.0	0.20	0.03	8.66	14.12	1.040	0.1228	13.6

2.3 温度对压裂液返排液配制的钻井液性能影响

由表 11 可以看出,随着温度的升高,钻井液的表现黏度和塑性黏度先减小后增大;动切力先减小后增大;滤失量先增大后减小再增大。当温度达到 180 ℃ 时,钻井液的滤失量较大,不满足钻井液性能要求;温度小于 150 ℃ 时,钻井液的滤失量满足钻井液性能要求,因此以 CMC 作为护胶剂,钻井液的耐高温在 150 ℃ 左右。

2.4 清洁压裂液返排液配制的钻井液对黏土水化抑制性评价

2.4.1 线性膨胀率

常温下,对以 CMC 作为护胶剂配制的钻井液及其上清液的线性膨胀率进行测定,从而评价其对黏土的抑制性,结果如图 1 所示。

由图 1 可见:

清洁压裂液返排液配制的钻井液和钻井液上清液对黏土水化膨胀均有良好的抑制作用。其中清洁压裂液返排液配制的钻井液对抑制黏土水化膨胀效果最佳,360 min 时,黏土膨胀率为 18.65%,明显低于 4% KCl 溶液的 61.80%。这可能是由于清洁压裂液返排液配制的钻井液中含有季铵盐和改性胶粉,季铵盐分子链上的极性基团与黏土发生吸附,进而形成吸附层,滞缓水分子向页岩中的渗透作用^[18];改性胶粉为高分子聚合物,相对分子质量较大和空间阻力使其较难进入黏土晶层,所以其主要

是通过分子链上大量的羟基通过氢键或静电吸力吸附在黏土颗粒表面,在表面形成一层薄膜,防止自由水侵入。

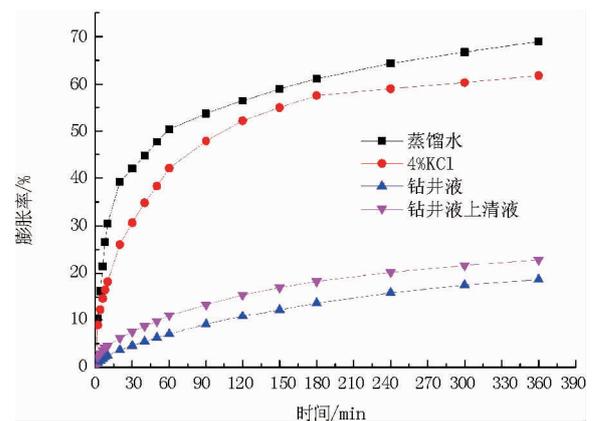


图 1 不同处理剂对黏土线性膨胀率的影响

2.4.2 泥球实验

泥球实验结果显示,自来水浸泡的泥球表层松软、有明显的裂痕、体积明显增大;在清洁压裂液返排液与 20% 基浆混合后配制的钻井液的上清液溶液中浸泡后,泥球表面水化,未出现裂痕;在清洁压裂液返排液与 20% 基浆混合后配制的钻井液中浸泡的泥球表面未出现水化和裂痕(见图 2)。表明清洁压裂液返排液与 20% 基浆混合后配制的钻井液对黏土水化膨胀有显著的抑制作用,这与膨润土的线性膨胀率结果一致。



图2 泥球在不同处理剂中浸泡24 h

3 结论

(1) 清洁压裂液返排液与20%的基浆混合后配制的钻井液各个性能较好。

(2) 通过正交实验、极差分析及单因素实验, 优选出了钻井液的最配方。

(3) 配制的钻井液和钻井液上清液对膨润土的水化膨胀都有较好的抑制性, 效果优于4% KCl。

参考文献:

- [1] 赵焯. 清洁压裂液技术在油田储层改造中的应用[J]. 石化技术, 2016(1): 180.
- [2] 许江文, 胡广军, 凌立苏, 等. 清洁压裂液技术在石南油田储层改造中的应用[J]. 油气井测试, 2004, 13(5): 52-54.
- [3] 刘通义, 陈江明, 赵众从, 等. BCG-1 深井加重清洁压裂液体系[J]. 钻井液与完井液, 2016, 33(2): 122-126.
- [4] 何静, 王满学, 赵逸, 等. 适合特低渗透油田的VES清洁压裂液性能[J]. 钻井液与完井液, 2012, 29(1): 79-81.
- [5] 崔会杰, 李建平, 王立中, 等. 清洁压裂液室内研究[J]. 钻井液与完井液, 2005, 22(3): 41-43.
- [6] 杨振周, 周广才, 卢拥军, 等. 粘弹性清洁压裂液的作用机理和现场应用[J]. 钻井液与完井液, 2005, 22(1): 48-50.
- [7] MALHOTRA S, SHARMA M M. A general correlation for proppant settling in VES fluids[R]. SPE 139581, 2011.
- [8] FONTANA C, MURUAGA E, PEREZ D, et al. Successful application of a high temperature viscoelastic surfactant (VES) fracturing fluids under extreme conditions in patagonian wells San Jorge Basin [R]. SPE 107277, 2007.
- [9] SAMUEL M M, CARD R J, NELSON E B, et al. Polymer-free fluid for fracturing applications [J]. SPE Drilling & Completion, 1999, 14(4): 240-246.
- [10] 戴鲲. 粘弹性表面活性剂压裂液研究与应用[D]. 吉林: 吉林大学, 2008.
- [11] 祝成. 清洁压裂液的配制及性能研究[D]. 成都: 西南石油大学, 2010.
- [12] 杨衍东, 胡永金, 赵金洲. 压裂液的环保问题初探[J]. 西部探矿工程, 2006(4): 88-90.
- [13] 马云, 何顺安, 侯亚龙, 等. 油田废压裂液的危害及其处理技术研究进展[J]. 石油化工应用, 2009, 28(8): 1-3.
- [14] 高起龙, 马丰云, 张建甲, 等. 香蕉皮制备绿色钻井液处理剂的作用效能研究[J]. 化工技术与开发, 2013, 42(11): 5-9.
- [15] 张洁, 张云月, 陈刚. 树胶的交联改性及其作为钻井液处理剂的研究[J]. 石油钻采工艺, 2011, 33(6): 37-40.
- [16] 张洁, 张强, 陈刚, 等. 强抑制性改性杂聚糖在钻井液中的作用效能与机理研究[J]. 化工技术与开发, 2013, 42(10): 1-5.
- [17] 石油钻井工程专业标准化委员会. SY/T 6335-1997. 钻井液用页岩抑制剂评价方法[S]. 北京: 石油工业出版社, 1998.
- [18] 蔡丹. 油田用小分子抑制剂的合成[D]. 西安: 西安石油大学, 2014.

(编辑 韩枫)