



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112341997 A

(43) 申请公布日 2021.02.09

---

(21) 申请号 202011224057.1 *E21B 33/13* (2006.01)  
(22) 申请日 2020.11.05 *C08F 220/18* (2006.01)  
(71) 申请人 中国石油大学(华东) *C08F 222/20* (2006.01)  
地址 266580 山东省青岛市黄岛区长江西路66号 *C08F 220/06* (2006.01)

(72) 发明人 孙金声 邱加先 白英睿 吕开河  
郝惠军 张洁 刘凡 刘敬平  
黄贤斌 王金堂 金家锋

(74) 专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限公司 37219  
代理人 王素平

(51) Int. Cl.  
*C09K 8/035* (2006.01)  
*C09K 8/32* (2006.01)  
*C09K 8/44* (2006.01)

权利要求书1页 说明书9页

---

(54) 发明名称

一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂及其制备方法与应用

(57) 摘要

本发明提供了一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂及其制备方法与应用,该凝胶堵漏剂包括以下重量份原料:凝胶剂15-30份、交联剂2-7份、引发剂0.3-1份、基础油60-80份,所述的凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯、戊二醇双丙烯酸酯、甲基丙烯酸十六烷基酯、聚氨酯树脂中的两种或三种以上的组合,所述的交联剂为油酸二丁铵、丙烯酸锌、二乙烯基苯中的两种或三种。本发明的堵漏剂在压差作用下进入裂缝,自动成胶,形成高强度、抗高温的凝胶,从而封堵裂缝;本发明的堵漏剂抗油基钻井液侵入性能好,能对一定宽度范围裂缝起作用,对恶性漏失具有良好封堵作用,并且具有抗高温、体积膨胀速度快、形成凝胶强度高且成胶时间可控等优点。

1. 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,其特征在于,所述凝胶堵漏剂包括以下重量份原料:凝胶剂15-30份、交联剂2-7份、引发剂0.3-1份、基础油60-80份。

2. 根据权利要求1所述的抗高温凝胶堵漏剂,其特征在于,所述凝胶堵漏剂包括以下重量份原料:凝胶剂20-24份、交联剂4-6份、引发剂0.7-0.9份,基础油65-77份。

3. 根据权利要求1所述的抗高温凝胶堵漏剂,其特征在于,所述的凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯、戊二醇双丙烯酸酯、甲基丙烯酸十六烷基酯、聚氨酯树脂中的两种或三种以上的组合;优选的,所述的凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯与甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,其中,二乙二醇二甲基丙烯酸酯与甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2。

4. 根据权利要求1所述的抗高温凝胶堵漏剂,其特征在于,所述的交联剂为油酸二丁铵、丙烯酸锌、二乙烯基苯中的两种或三种;优选的,所述的交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,其中,油酸二丁铵和丙烯酸锌的质量比为1:1。

5. 根据权利要求1所述的抗高温凝胶堵漏剂,其特征在于,所述的引发剂为1-乙酰基-4-亚甲基哌啶、2,2-偶氮双(异丁腈)、偶氮二异丁腈中的一种或两种以上的组合。

6. 根据权利要求1所述的抗高温凝胶堵漏剂,其特征在于,所述的基础油为白油或柴油。

7. 权利要求1-6任一项所述的油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法,包括步骤如下:

(1) 将凝胶剂加入基础油中,搅拌后得到溶液A;

(2) 将交联剂加入溶液A中,搅拌至其完全溶解,得到溶液B;

(3) 将引发剂加入溶液B中,搅拌至其完全溶解,得到混合溶液,即得油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂。

8. 根据权利要求7所述的油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法,其特征在于,包括以下条件中的一项或多项:

a. 步骤(1)中所述的基础油的温度为30-50℃,优选为35-45℃;搅拌温度为50-70℃,优选为50-60℃;搅拌速率为300-600转/分钟,优选为350-500转/分钟,搅拌时间为15-35min,优选为15-25min;

b. 步骤(2)中所述的搅拌温度为70-90℃,优选为75-85℃;搅拌速率为200-500转/分钟,优选为200-300转/分钟,搅拌时间为20-40min,优选为20-25min;

c. 步骤(3)中所述的搅拌温度为80-100℃,优选为90-100℃;搅拌速率为400-700转/分钟,优选为450-550转/分钟,搅拌时间为10-30min,优选为15-25min。

9. 权利要求1-6任一项所述的油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的应用,用于油基钻井液堵漏。

10. 根据权利要求9所述的油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的应用,其特征在于,具体应用方法如下:将凝胶堵漏剂以段塞形式注入井筒中。

## 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂及其制备方法与应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂及其制备方法与应用,属于钻井液堵漏技术领域。

### 背景技术

[0002] 为保障钻井过程安全、快速与高效进行,钻井中必须保持井底压力高于地层压力,而这一压差在钻遇渗透性或是裂缝性地层时将导致钻井液的漏失。井漏导致大量钻井液漏失,使钻井成本升高;且漏失钻井液进入地层后会破坏储层渗透率,降低油气田采收率,是油气开采中必须面对的问题。

[0003] 现有的堵漏技术诸如桥接堵漏、可固化堵漏与聚合物堵漏等技术各有优劣。桥接堵漏材料成本较低,但对材料尺寸要求严格,一次堵漏成功率低;可固化材料封堵见效快、效果好,但应对恶性漏失效果不佳;聚合物堵漏材料因其能发生粘接或是与其他材料交联,面对恶性漏失有良好封堵作用,但其成本极高。

[0004] 凝胶类堵剂以液体形式进入地层后,因压差进入裂缝,进入裂缝后快速膨胀达到封堵漏失的目的。凝胶类堵剂以其不受漏失通道影响、体积快速膨胀与自适应裂缝尺寸等优点,在现场取得大规模应用。但以上堵漏剂包括凝胶堵漏剂均以水基钻井液为主,适用于油基钻井液用堵漏剂极少。

[0005] 关于适用于油基钻井液的凝胶堵漏剂也有专利文献报道。例如:中国专利文件CN105646763A提供了一种油基凝胶堵漏剂,由以下重量份的原料组成:苯乙烯20~40份、生物柴油2~10份、二乙烯苯0.5~5份、二甲基丙烯酸二乙二醇酯0.1~5份、偶氮二异丁腈0.01~1份,但上述油基凝胶堵漏剂体积膨胀率较低,在面对3mm及其以上裂缝时封堵效果不佳。中国专利文件CN105199693A提供了一种油基凝胶堵漏浆,按照重量份计算,其组成为:35-70份的基础油、5-25份的固化剂、0.1-1份的激活剂、0.5-4份的水、0-60份的加重剂,所述的基础油为蓖麻油、大豆油、菜籽油、花生油、动物油、脂肪酸甲酯、马来酸二甲酯中的至少一种,所述的固化剂为氧化钙、氧化镁、氧化锌、碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸镁、醋酸钠中的至少一种,所述的激活剂为氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸钠、碳酸钾中的至少一种,所述的加重剂为重晶石、石灰石、铁矿粉中的至少一种,但是上述油基凝胶堵漏浆所成凝胶抗温性能差,无法适用于高温地层,且无法封堵恶性漏失。

[0006] 目前适用于油基钻井液的凝胶堵漏剂普遍存在凝胶强度不高、抗温性能差等缺陷,无法在超高温地层中使用的缺点。因此,需研制一种适用于油基钻井液的高强度、抗高温、成胶时间可控、体积膨胀率高的凝胶堵漏剂,实现对油基钻井液漏失尤其是恶性漏失进行封堵。

### 发明内容

[0007] 针对现有技术的不足,本发明提供了一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂及其制备方法与应用。本发明的凝胶堵漏剂以连续相形式进入地层,在压差作用下进入裂缝,之后

自动成胶,成胶后体积迅速膨胀,形成高强度、抗高温的凝胶,从而封堵裂缝。本发明的凝胶漏剂抗油基钻井液污染性能好,体积膨胀率高,能对一定宽度范围裂缝起作用,对恶性漏失也有良好封堵作用,并且具有抗高温、体积膨胀速度快、形成凝胶强度高且成胶时间可控等优点。

[0008] 本发明的技术方案如下:

[0009] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂15-30份、交联剂2-7份、引发剂0.3-1份、基础油60-80份。

[0010] 根据本发明,优选的,所述的抗高温凝胶堵漏剂包括以下重量份原料:凝胶剂20-24份、交联剂4-6份、引发剂0.7-0.9份,基础油65-77份。

[0011] 根据本发明,优选的,所述的凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯、戊二醇双丙烯酸酯、甲基丙烯酸十六烷基酯、聚氨酯树脂中的两种或三种以上的组合;

[0012] 进一步优选的,所述的凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯与甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,其中,二乙二醇二甲基丙烯酸酯与甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2。

[0013] 根据本发明,优选的,所述的交联剂为油酸二丁铵、丙烯酸锌、二乙烯基苯中的两种或三种;

[0014] 进一步优选的,所述的交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,其中,油酸二丁铵和丙烯酸锌的质量比为1:1。

[0015] 根据本发明,优选的,所述的引发剂为1-乙酰基-4-亚甲基哌啶、2,2-偶氮双(异丁腈)、偶氮二异丁腈中的一种或两种以上的组合。

[0016] 根据本发明,优选的,所述的基础油为白油或柴油。

[0017] 根据本发明,上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法,包括步骤如下:

[0018] (1) 将凝胶剂加入基础油中,搅拌后得到溶液A;

[0019] (2) 将交联剂加入溶液A中,搅拌至其完全溶解,得到溶液B;

[0020] (3) 将引发剂加入溶液B中,搅拌至其完全溶解,得到混合溶液,即得油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂。

[0021] 根据本发明,优选的,步骤(1)中所述的基础油的温度为30-50℃,进一步优选为35-45℃;搅拌温度为50-70℃,进一步优选为50-60℃;搅拌速率为300-600转/分钟,进一步优选为350-500转/分钟,搅拌时间为15-35min,进一步优选为15-25min。

[0022] 根据本发明,优选的,步骤(2)中所述的搅拌温度为70-90℃,进一步优选为75-85℃;搅拌速率为200-500转/分钟,进一步优选为200-300转/分钟,搅拌时间为20-40min,进一步优选为20-25min。

[0023] 根据本发明,优选的,步骤(3)中所述的搅拌温度为80-100℃,进一步优选为90-100℃;搅拌速率为400-700转/分钟,进一步优选为450-550转/分钟,搅拌时间为10-30min,进一步优选为15-25min。

[0024] 根据本发明,将所得的凝胶堵漏剂混合溶液静置,在150-200℃下进行固化成胶,得到交联聚合凝胶,成胶时间可通过调节凝胶剂与交联剂的比例进行调控。

[0025] 根据本发明,上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂在油基钻井液堵漏中的应用。

[0026] 根据本发明的应用,优选的,上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的具体应用方法如下:将凝胶堵漏剂以段塞形式注入井筒中。

[0027] 本发明的凝胶堵漏剂的交联剂与凝胶剂在一定的温度下发生聚合交联反应,产生具有一定强度的凝胶,凝胶剂可通过化学键与交联剂相互连接,形成一种高强度相互交联的空间网状结构,因化学键稳定性,形成凝胶具有良好的强度与抗温性能。本发明的凝胶堵漏剂成胶前为连续相混合溶液,成胶时间可控,进入地层后以连续相压入裂缝后形成具有一定体积、强度的凝胶,实现对裂缝的封堵;该凝胶堵漏剂能在高温下保持基本形状与强度,能适用于高温地层。

[0028] 本发明的技术特点及有益效果如下:

[0029] 1、本发明的凝胶堵漏剂以连续相进入地层裂缝中,到达预定交联时间后,交联形成高分子三维网络结构,并体积膨胀形成高强度高分子凝胶,从而对裂缝形成有效封堵;而且本发明的凝胶堵漏剂所形成的高分子凝胶能在高温下保持其基本空间结构与强度,能在高温地层中长时间使用,稳定性强,对油基钻井液性能影响小,对储层损害低。

[0030] 2、本发明可以通过改变凝胶剂与交联剂配比控制交联时间,从而根据不同地层裂缝与不同漏失量选择调整不同交联时间的凝胶堵漏剂;本发明的凝胶堵漏剂能对较宽裂缝形成封堵,对恶性漏失有封堵能力;具有高强度、耐高温特性,在高温地层中能长时间起封堵作用;膨胀率高、交联时间可控等优点。

[0031] 3、本发明的凝胶堵漏剂以油为基础相,抗油基钻井液污染性能好,段塞前后钻井液侵入基本不影响油基凝胶成胶时间、强度与封堵能力;所用材料成本低、无毒,合成过程简便,适合现场钻进。

### 具体实施方式

[0032] 下面通过具体实施例对本发明做进一步说明,但不限于此。

[0033] 实施例中所用原料均为常规原料,可市购获得;所述方法如无特殊说明均为现有技术。

[0034] 实施例1

[0035] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂22份、交联剂5份、引发剂0.8份、基础油73.2份;

[0036] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0037] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法,包括步骤如下:

[0038] (1) 将凝胶剂加入40℃的白油中,之后升温至50℃,在50℃下,以500转/分钟的搅拌速率搅拌25min,使其完全溶解,得到溶液A;

[0039] (2) 将交联剂加入到溶液A中,在75℃下,以300转/分钟的搅拌速率搅拌25min,使其完全溶解,得到溶液B;

[0040] (3) 将引发剂加入到溶液B中,在85℃下,以550转/分钟的搅拌速率搅拌25min使其完全溶解,得到混合溶液,即得油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂。

[0041] 实施例2

[0042] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂22份、交联剂5份、引发剂0.4份、基础油72.6份;

[0043] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0044] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0045] 实施例3

[0046] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂22份、交联剂7份、引发剂0.8份、基础油70.2份;

[0047] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0048] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0049] 实施例4

[0050] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂18份、交联剂5份、引发剂0.8份、基础油76.2份;

[0051] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0052] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0053] 实施例5

[0054] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂22份、交联剂7份、引发剂0.4份、基础油70.6份;

[0055] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0056] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0057] 实施例6

[0058] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂18份、交联剂5份、引发剂0.4份、基础油76.6份;

[0059] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0060] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0061] 实施例7

[0062] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂18份、交联剂6份、引发剂0.8份、基础油75.2份;

[0063] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0064] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0065] 实施例8

[0066] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂18份、交联剂7份、引发剂0.4份、基础油74.6份;

[0067] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0068] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0069] 实施例9

[0070] 一种油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂,包括以下重量份原料:凝胶剂22份、交联剂5份、引发剂0.6份、基础油73.2份;

[0071] 其中,凝胶剂为二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的组合,二乙二醇二甲基丙烯酸酯和甲基丙烯酸十六烷基酯的质量比为1:2;交联剂为油酸二丁铵和丙烯酸锌的组合,质量比为1:1;引发剂为偶氮二异丁腈;基础油为白油。

[0072] 上述油基钻井液用抗高温凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0073] 对比例1

[0074] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是凝胶剂的加入量为8份。

[0075] 上述凝胶堵堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0076] 对比例2

[0077] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是凝胶剂的加入量为35份。

[0078] 上述凝胶堵堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0079] 对比例3

[0080] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是交联剂的加入量为10份。

[0081] 上述凝胶堵堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0082] 对比例4

[0083] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是交联剂的加入量为1份。

[0084] 上述凝胶堵堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0085] 对比例5

[0086] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是引发剂的加入量为1.2份。

[0087] 上述凝胶堵堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0088] 对比例6

[0089] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是引发剂的加入量为0.05份。

[0090] 上述凝胶堵堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0091] 对比例7

[0092] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是引发剂的加入量为0.15份。

[0093] 上述凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0094] 对比例8

[0095] 一种油基钻井液用凝胶堵漏剂如实施例1所述,所不同的是使用交联剂为油酸三乙醇胺。

[0096] 上述凝胶堵漏剂的制备方法如实施例1所述。

[0097] 试验例

[0098] 将实施例1-9以及对比例1-8制备的凝胶堵漏剂进行成胶时间、成胶后凝胶强度、堵漏性能、耐高温性能的测试。

[0099] 测试1、凝胶堵漏剂成胶时间的测定

[0100] 具体测定方法为:将所得凝胶堵漏剂在180℃下静置并开始计时,使用高温高压流变仪测量溶液粘度,混合溶液自发交联并形成一定强度高分子凝胶,交联过程中表观粘度升高,至某一最高值后基本保持不变,混合溶液失去流动性,粘度达到最高点的时间视为凝胶的形成时间,停止计时,得到成胶时间,其结果如表1所示。

[0101] 测试2、凝胶堵漏剂成胶后凝胶强度的测定

[0102] 具体测试方法为:使用电子称测试凝胶堵漏剂成胶后凝胶的强度,将制备的凝胶放置在电子称上面,用形状规则、截面积一定的铁棍垂直压在凝胶上面,铁棍缓慢压入,同时一直观察电子称的读数,在凝胶破裂时,记录电子称的读数,然后运用公式 $F=M \cdot g$ 和 $P=F/S$ 计算出凝胶堵漏剂成胶后凝胶强度,式中, $P$ 为凝胶强度,单位为MPa; $F$ 为作用在铁杆上力,单位为N; $M$ 为电子称读数,kg; $g$ 为重力加速度, $m/s^2$ ;S为铁棍截面积,单位为 $m^2$ ,其结果如表1所示。

[0103] 测试3、凝胶堵漏剂堵漏性能的测定

[0104] 具体测试方法为:将16~30目砂均匀装满填砂管,并在装入过程中敲击填砂管外围,使砂均匀分布。在填砂管一端使用平流泵加压,使砂完全饱和水一段时间后,将实施例以及对比例制备的凝胶堵漏剂均匀注入填砂管中,密封后将填砂管在180℃下老化4h,之后在180℃下进行测试,使用平流泵在填砂管一端加压并作为入口压力,另一端为出口压力且为标准大气压,入口压力与出口压力间的差值即为凝胶承压,当压差超过凝胶最高承压时,突破凝胶封堵,此时凝胶失去封堵能力,压差急剧减小;测试过程中使用平流泵缓慢增加入口压力,利用压力传感器测定入口压力,当压差开始急剧减小时,所测得的最大压差即为凝胶最高承压,以凝胶最高承压来评价凝胶封堵能力,凝胶最高承压越大,封堵能力越好;所用填砂管长40cm,直径3cm,最大承压40MPa,其结果如表1所述。

[0105] 测试4、凝胶堵漏剂耐高温性能的测定

[0106] 具体测试方法为:将16~30目砂均匀装满填砂管,并在装入过程中敲击填砂管外围,使砂均匀分布。在填砂管一端使用平流泵加压,使砂完全饱和水一段时间后,将实施例以及对比例制备的凝胶堵漏剂均匀注入填砂管中,密封后将填砂管在180℃下老化72h,之后在180℃下进行测试,使用平流泵在填砂管一端加压并作为入口压力,另一端为出口压力且为标准大气压,入口压力与出口压力间的差值即为凝胶承压,当压差超过凝胶最高承压时,突破凝胶封堵,此时凝胶失去封堵能力,压差急剧减小;测试过程中使用平流泵缓慢增

加入口压力,利用压力传感器测定入口压力,当压差开始急剧减小时,所测得的最大压差即为凝胶最高承压,以凝胶最高承压来评价凝胶封堵能力,所用填砂管长40cm,直径3cm,最大承压40MPa,其结果如表1所述。

[0107] 将实施例1-9以及对比例1-8制备的凝胶堵漏剂在180℃下老化72h后,按照测试2中的方法测试凝胶强度,其结果如表1所述。

[0108] 表1凝胶堵漏剂的交联时间、凝胶强度、封堵效果数据

样品	成胶时间 /min	凝胶强度/MPa		最高承压/MPa	
		老化前	老化后	老化前	老化后
实施例 1	169	4.45	3.91	13.55	12.19
实施例 2	173	4.39	3.88	13.36	12.16
实施例 3	175	4.36	3.72	13.31	12.12
实施例 4	179	4.35	3.66	13.31	12.09
实施例 5	183	4.33	3.62	13.26	12.10
实施例 6	187	4.31	3.56	13.24	12.05
实施例 7	189	4.22	3.45	13.20	12.05
[0109] 实施例 8	192	4.11	3.25	12.93	12.03
实施例 9	171	4.40	3.89	13.46	12.11
对比例 1	221	1.28	0.88	9.09	8.76
对比例 2	217	3.11	2.77	12.00	11.03
对比例 3	212	2.43	2.16	11.35	10.89
对比例 4	220	2.25	1.93	11.25	10.78
对比例 5	218	2.24	1.90	11.14	10.51
对比例 6	未成胶	未成胶	未成胶	未成胶	未成胶
对比例 7	231	2.19	1.87	10.68	10.39
对比例 8	227	1.11	0.84	8.96	8.54

[0110] 从表1可以看出,本发明实施例制备得到的凝胶堵漏剂具有较高的凝胶强度以及较好的封堵能力。对比实施例1、实施例4、对比例1以及对比例2可以看出,凝胶剂含量过高或过低都会降低所形成凝胶的强度与凝胶的封堵能力,因此需控制凝胶剂的比例在本发明的范围之内;对比实施例1、实施例3、对比例3和对比例4可以看出,交联剂浓度过高或过低都会导致凝胶强度降低,交联时间大幅增大。对比实施例1和对比例8可以看出,改变交联剂为油酸三乙醇胺,所得油基凝胶的成胶时间加长、凝胶强度降低且封堵能力降低。对比实施例1-2、实施例4、实施例6、实施例9和对比例5-7可以看出,引发剂浓度过低会导致凝胶成胶

时间延长、凝胶成胶后强度与封堵能力极低,甚至无法成胶;在一定浓度范围内,引发剂浓度对所合成凝胶的凝胶强度、承压能力影响较小;引发剂浓度过高会导致凝胶强度降低甚至在合成过程中出现爆聚现象,导致凝胶成交后强度与封堵能力较低,因此需将引发剂浓度控制在本发明的范围内。

[0111] 从表1中可以看出,油基凝胶堵漏剂在高温老化后凝胶强度与封堵能力均有不同程度的下降,但下降幅度较小,仍具有良好封堵性能,说明该油基凝胶能在高温条件下长时间保持凝胶本身结构,维持稳定。

[0112] 测试5、凝胶堵漏剂抗油基钻井液侵入测试

[0113] 向实施例1制备得到的油基钻井液用凝胶堵漏剂中,加入20份油基钻井液,按照测试1-4的方法测试加入油基钻井液后的凝胶堵漏剂的成胶时间、凝胶强度与封堵能力,其结果如表2所示。

[0114] 所使用的油基钻井液制备方法为:将油相与水相按体积比为8:2混合,之后加入酰胺类乳化剂、改性植物油、长链季铵盐改性膨润土、CaO和重晶石,混合均匀,即得;所述油相为白油,水相为25%CaCl<sub>2</sub>盐水;所述酰胺类乳化剂、改性植物油、长链季铵盐改性膨润土、CaO的加入量分别为30g/L,5g/L、10g/L、30g/L,所述酰胺类乳化剂、改性植物油、长链季铵盐改性膨润土购自Baroid钻井液公司,所述重晶石的加入量为304g/L,调节油基钻井液的密度为1.22g/cm<sup>3</sup>。

[0115] 表2凝胶堵漏剂抗油基钻井液侵入效果数据

样品	成胶时间 /min	凝胶强度/MPa		最高承压/MPa	
		老化前	老化后	老化前	老化后
[0116] 实施例 1	169	4.45	3.91	13.55	12.19
实施例 1+ 油基钻井液	172	4.31	3.66	13.21	12.02

[0117] 从表2可以看出,油基凝胶堵漏剂在油基钻井液侵入情况下仍能成胶。且油基钻井液侵入对封堵剂成胶时间、凝胶强度与封堵能力基本没有影响,说明该油基凝胶抗油基钻井液侵入能力强。

[0118] 测试6、凝胶堵漏剂对裂缝封堵性能测试

[0119] 具体测定方法为:使用高温高压驱替装置评价凝胶堵漏剂对裂缝封堵能力,加以不同尺寸裂缝模块进行测试,裂缝模块缝宽分别为3mm、4mm与5mm,缝长均为5cm。驱替实施例以及对比例制备的凝胶堵漏剂进入,完全充填裂缝后,将裂缝模块在180℃下加热4h,后对裂缝模块逐步加压,每分钟增加0.1MPa,观察并记录裂缝模块承压。当压力超过凝胶最高承压后突破凝胶封堵,压力立刻下降;以压力开始急剧减小时所测得的最大压力即为凝胶封堵突破压力,以凝胶封堵突破压力来评价凝胶对裂缝封堵能力,封堵突破压力越大,对裂缝的封堵效果越好,其结果如表3所示。

[0120] 重复上述实验,所不同的是,将裂缝模块在180℃下加热72h后,测定凝胶封堵突破压力,结果如表3所示。

[0121] 表3凝胶堵漏剂对裂缝封堵效果数据

样品	3mm 裂缝封堵 突破压力/MPa		4mm 裂缝封堵 突破压力/MPa		5mm 裂缝封堵 突破压力/MPa	
	老化前	老化后	老化前	老化后	老化前	老化前
实施例 1	7.27	7.19	7.21	7.14	7.15	7.08
实施例 2	7.25	7.17	7.16	7.09	7.11	7.04
实施例 3	7.24	7.17	7.15	7.06	7.10	7.03
实施例 4	7.23	7.16	7.13	7.06	7.08	6.96
实施例 5	7.22	7.14	7.11	7.05	7.06	6.93
[0122] 实施例 6	7.22	7.13	7.10	7.05	7.04	6.92
实施例 7	7.21	7.06	7.07	7.01	7.01	6.87
实施例 8	7.08	6.85	6.93	6.83	6.89	6.78
实施例 9	7.25	7.18	7.20	7.11	7.15	7.06
对比例 1	4.57	4.35	4.50	4.31	4.36	4.22
对比例 2	6.80	6.56	6.65	6.53	6.46	6.38
对比例 3	6.22	6.07	6.15	6.01	6.01	5.89
对比例 4	6.12	5.98	6.05	5.92	5.92	5.79
对比例 5	6.09	5.81	6.02	5.75	5.81	5.69
	对比例 6	未成胶	未成胶	未成胶	未成胶	未成胶
[0123]	对比例 7	5.98	5.71	5.91	5.65	5.67
	对比例 8	4.11	4.08	4.09	4.00	3.99

[0124] 从表1可以看出,本发明实施例制备得到的凝胶堵漏剂对大裂缝有良好封堵效果,随着缝宽增加,最高承压基本不变;而且堵漏剂经过高温老化后堵漏剂封堵能力有一定下降但下降幅度较低,仍对大裂缝有良好封堵效果。

[0125] 综上所述可以看出,本发明制备的凝胶堵漏剂抗油基钻井液污染性能好,体积膨胀率高,能对一定宽度范围裂缝起作用,对恶性漏失也有良好封堵作用,并且具有抗高温、体积膨胀速度快、形成凝胶强度高且成胶时间可控的优点。