



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112414820 B

(45) 授权公告日 2022.05.31

(21) 申请号 202011422999.0

G01N 1/38 (2006.01)

(22) 申请日 2020.12.08

G01N 1/44 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112414820 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2021.02.26

US 3712795 A, 1973.01.23

(73) 专利权人 西南石油大学

DE 102011112291 A1, 2013.03.07

地址 610500 四川省成都市新都区新都大道8号

US 5369981 A, 1994.12.06

CN 102585783 A, 2012.07.18

CN 104792596 A, 2015.07.22

(72) 发明人 王平全 鲁劲松 何龙 王秋润
冉雨鹭 冉超

Hanyi Zhong et al. A preliminary study of the preparation of shale stabilizer with oil sludge -From waste to resource. 《Journal of Petroleum Science and Engineering》. 2017, 第50-60页.

(74) 专利代理机构 北京润平知识产权代理有限公司 11283

审查员 杨培

专利代理师 王崇

(51) Int. Cl.

G01N 1/28 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种模拟页岩的厚泥饼制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用厚泥饼模拟页岩孔隙结构的新方法。其制备材料有：膨润土，碳酸钠，API重晶石，毫微重晶石，无铬磺化褐煤，磺化酚醛树脂，HF-1。其制备方法为：在搪瓷杯中加入热水，在高速搅拌仪作用下缓慢加入膨润土和碳酸钠，搅拌均匀后水化分散24h；在水化后土浆中加入API重晶石、毫微重晶石、无铬磺化褐煤、磺化酚醛树脂、HF-1，搅拌均匀；将配置好的钻井液老化16小时；将老化后的钻井液倒入高温高压失水仪中形成泥饼。该方法形成的泥饼渗透率平均值为 4.825×10^{-4} mD，处于页岩渗透率级别范围；泥饼厚度为9-11mm，比薄泥饼更具备页岩真实性，所得泥饼的价格低廉、方法简单且重复性好。

1. 一种模拟页岩的厚泥饼制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1、用量筒量取300mL的80-100℃的热水倒入搪瓷杯中,将搪瓷杯放置于钻井液搅拌仪下,缓慢加入18g膨润土,继续搅拌,加入0.9g碳酸钠,搅拌30min,将配置的钻井液基浆密封24h,使其预水化;

步骤2、取预水化钻井液基浆300mL,边搅拌边加入210g的API重晶石和90g毫微重晶石,搅拌30min;加入15g无铬磺化褐煤和15g磺化酚醛树脂,搅拌30min;加入1.2g的HF-1,搅拌30min;将搅拌好的钻井液倒入高温老化罐,在105℃下老化16h;

步骤3、取老化后的钻井液,在12000r/min转速的电动高速搅拌器搅拌30min,将搅拌均匀的钻井液倒入高温高压失水仪中,调整压力和温度,失水后记录失水量;

步骤4、打开高温高压滤失仪釜体,倒出多余的钻井液,加入蒸馏水,轻轻晃动釜体,洗去泥饼表面多余的钻井液;倒入蒸馏水至高温高压失水仪釜体刻度线,调节压力与温度,失水后记录失水量,取出并测量泥饼厚度;

其中,以压差3.5MPa、温度105℃和滤失时间30min作为滤失条件,上压力为4MPa,下压力为0.5MPa;

其中,经过步骤4得到的泥饼渗透率计算公式为:

$$Q = \frac{V_{30}}{1800}$$

$$K = \frac{Q\mu L}{A(P_1 - P_0)} ;$$

其中 V_{30} :30min高温高压滤失量, cm^3 ;

Q:滤失速度, cm^3/s ;

K:滤失介质渗透率, $10^{-1}\mu\text{m}^2$;

μ :水105℃的粘度, $0.27\text{mPa}\cdot\text{s}$;

L:泥饼厚度,cm;

A:高温高压失水仪有效滤失面积, 22.6cm^2 ;

P_1 :滤失上压力,4.0MPa;

P_0 :滤失下压力,0.5MPa;

其中,由此方法制备出的泥饼渗透率为 $4-6\times 10^{-4}\text{mD}$ 、厚度为9-11mm。

2. 如权利要求1所述一种模拟页岩的厚泥饼制备方法,其中,API重晶石的粒径中值(D_{50}) = 18.303 μm ,毫微重晶石的粒径中值(D_{50}) = 8.476 μm ,能够形成致密的泥饼。

一种模拟页岩的厚泥饼制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及到一种利用高温高压失水仪制备模拟页岩微观孔缝结构的泥饼制备方法。通过调整钻井液配方,采用高温高压静失水方法,制备出厚度为9-11mm、平均渗透率为 4.825×10^{-4} mD的泥饼。具有较低的渗透率以及较高的厚度,泥饼厚且致密。由于制备出的泥饼能较好地模拟页岩,厚度较高,更能在页岩微观封堵机理方面起到很好的指导作用,避免页岩取样的难度大的缺点,而且这种制备方法成本低廉,实验重现性好。

背景技术

[0002] 页岩封堵主要是封堵地层的孔隙和裂缝,阻止压力向地层深部传递,防止页岩垮塌,从而起到稳定井壁的作用。现如今页岩气开发已成为我国能源开发的关键所在,但是由于页岩地层微裂缝与微孔隙发育,水敏性较强,长水平井段易发生井壁失稳现象,解决这一问题的关键在于提高钻井液封堵性能,从封堵性的角度来看,评价封堵性能优劣的重点在于真实页岩物理环境的建立,即制备出渗透率在 10^{-4} mD级别“模拟岩心”才能还原真实页岩低渗物理环境,才能从根本上对封堵剂的性能进行最佳效果评价,从而对封堵剂效果的改进与提升提供最有价值的反馈。

[0003] 由于页岩地层微裂缝微空隙发育,以垮塌破碎的问题,在钻井现场页岩的取芯工作十分困难。而且取芯后的页岩不同位置的孔隙度渗透率有很大的差异,对研究页岩的封堵问题有着很大的影响。虽然先进有许多种模拟地层岩心的模拟方法,但是直接针对页岩微孔隙微裂缝的方法很少,而且有很大的局限性。尤其是能模拟出具备页岩纳微米级别的孔缝的“模拟岩心”少之又少,而且方法复杂成本较高。因此,制备出能较好的模拟页岩的“模拟岩心”对研究页岩的封堵机理、封堵规律有很大的作用。

发明内容

[0004] 就页岩封堵而言,针对现有技术中无法直接简单的模拟天然页岩纳微米孔缝以及模拟仪器设备成本太高,效果不太好的问题,本发明提出了一种利用钻井液泥饼模拟页岩微纳米孔缝的方法,不仅能够有效的模拟泥页岩微裂缝,同时成本低,实验重复性强。通过多次实验,与真实页岩的渗透率相比较,泥饼的平均渗透率达到 4.825×10^{-4} mD,所制得的泥饼能满足模拟页岩的需要,对页岩的封堵机理,以及对纳微米封堵剂的筛选评价有着很重要的意义。

[0005] 本发明所述泥饼制备配方原料如下表:

材料名称	主要作用效能	辅助作用效能	生产厂家
膨润土	建立泥饼	增粘、提供结构	新疆中非夏子街膨润土厂
API 重晶石	封堵	提高密度	四川仁智油田技术服务股份有限公司
[0006] 毫微重晶石	封堵	降失水、提高密度	贵州毫微粉体业有限公司
无铬磺化褐煤	封堵	稀释、降失水	弘大能源勘探开发有限公司
磺化酚醛树脂	封堵	稀释、降失水	四川正蓉实业有限公司
HF-1	建立结构	增粘, 降失水	四川西南石大金牛石油科技有限公司

[0007] 本发明所述泥饼制备方法步骤如下:

[0008] 步骤1、用量筒量取100份80-100℃的热水倒入搪瓷杯中,将搪瓷杯放置于钻井液搅拌仪下,缓慢加入6份膨润土,继续搅拌,加入0.3份碳酸钠,搅拌30min,将配置的钻井液基浆密封24h,使其预水化。

[0009] 步骤2、取预水化钻井液基浆100份,边搅拌边加入70份API重晶石和30份毫微重晶石,搅拌30min;加入5份无铬磺化褐煤和5份磺化酚醛树脂,搅拌30min;加入0.4份HF-1,搅拌30min;将搅拌好的钻井液倒入高温老化罐,在105℃下老化16h。

[0010] 步骤3、取老化后的钻井液,在12000r/min转速的电动高速搅拌器搅拌30min,将搅拌均匀的钻井液倒入高温高压失水仪中,调整压力和温度,失水后记录失水量。

[0011] 步骤4、进一步地,所述模拟页岩地层低渗透率的泥饼,其特征在于,由此方法制备出的泥饼渗透率为 $4-6 \times 10^{-4}$ mD、厚度为9-11mm。

[0012] 进一步地,所述模拟页岩地层低渗透率的泥饼,其特征在于,API重晶石的粒径中值(D_{50}) = 18.303 μ m,毫微重晶石的粒径为粒径中值(D_{50}) = 8.476 μ m,能够辅助膨润土形成致密的泥饼。

[0013] 进一步地,所述模拟页岩地层低渗透率的泥饼方法,其特征在于,以压差3.5MPa(上压力为4MPa,下压力为0.5MPa)、温度105℃和滤失时间30min作为滤失条件。

[0014] 进一步地,所述模拟页岩地层低渗透率的泥饼,其特征在于,经过步骤4得到的泥饼渗透率计算方法为:渗透滤失失水结合达西定律。

[0015] 进一步地,所述模拟泥饼渗透率计算公式为:

$$[0016] \quad Q = \frac{V_{30}}{1800}$$

$$[0017] \quad K = \frac{Q\mu L}{A(P_1 - P_0)}$$

[0018] 其中 V_{30} :30min高温高压滤失量, cm^3 ;

[0019] Q:滤失速度, cm^3/s ;

[0020] K:滤失介质渗透率, $10^{-1}\mu\text{m}^2$;

- [0021] μ :水105℃的粘度,0.27mPa·s;
 [0022] L:泥饼厚度,cm;
 [0023] A:高温高压失水仪有效滤失面积,22.6cm²;
 [0024] P_1 :滤失上压力,4.0MPa;
 [0025] P_2 :滤失下压力,0.5MPa。

具体实施方式

[0026] 下面将通过结合具体实例,来更加完整描述模拟页岩的泥饼制作方法,所描述的实施例仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例,仅用以说明而非限制本发明的技术方案。

[0027] 实施例1:模拟页岩地层的泥饼制备

[0028] 制备模拟页岩的厚泥饼制作方法需要准备以下材料:膨润土、API重晶石、毫微重晶石、无铬磺化褐煤、磺化酚醛树脂、HF-1:

[0029] 制备方法,用量筒准确量取80-100℃热水300ml倒入搪瓷杯中,低速搅拌,缓慢加入18g膨润土,继续搅拌,加入0.9g无水碳酸钠,搅拌30min,将配置的膨润土基浆密封24h,使其预水化。取300ml预水化膨润土基浆,搅拌30min后加入API重晶石210g,继续搅拌30min后加入毫微重晶石90g,继续搅拌30min后加入无铬磺化褐煤15g,继续搅拌30min后加入磺化酚醛树脂15g;继续搅拌30min后加入HF-1处理剂1.2g,继续搅拌60min后,装入高温老化罐,在高温滚子炉中105℃下热滚16h。取老化后的钻井液,在12000r/min转速的电动高速搅拌器搅拌30min,将搅拌均匀的钻井液倒入高温高压失水仪中,调整压力(上压力为4MPa,下压力为0.5MPa)和温度(105℃),失水后记录失水量。滤失实验完毕后,打开高温高压滤失仪釜体,倒出多余的钻井液,加入蒸馏水,轻轻晃动釜体,洗去泥饼表面多余的钻井液。继续倒入蒸馏水至高温高压失水仪釜体刻度线,调节压力(上压力为4MPa,下压力为0.5MPa)与温度(105℃),失水后记录失水量(V_{30}),取出泥饼并测量泥饼厚度(L)。

[0030] 通过多组实验,制备出的泥饼数据如下:

[0031] 表1多组泥饼数据

[0032]

组号	泥饼厚度(mm)	泥饼30min失水(ml)	泥饼渗透率(10^{-4} md)
1	10.43	2.2	4.35
2	11.06	2.5	5.24
3	9.68	2.6	4.77
4	10.42	2.5	4.94
平均	10.40	2.4	4.825

[0033] 由上表1可以看出,模拟页岩的泥饼的渗透率完全达到 10^{-4} md级别,能够有效的模拟页岩。泥饼数据的厚度、滤失量和渗透率都处于一定的范围,泥饼的实验重现程度高。