



(21) 申请号 202311017878.1

C09K 8/504 (2006.01)

(22) 申请日 2023.08.14

C09K 8/506 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 117050737 A

(56) 对比文件

CN 109652053 A, 2019.04.19

CN 114106219 A, 2022.03.01

(43) 申请公布日 2023.11.14

审查员 胡晨辉

(73) 专利权人 大庆永铸石油技术开发有限公司

地址 163000 黑龙江省大庆市肇源县经济
开发区

(72) 发明人 张春龙 薄云天 李嘉利 马硕

(74) 专利代理机构 大庆知文知识产权代理有限

公司 23115

专利代理师 罗云飞

(51) Int. Cl.

C09K 8/508 (2006.01)

C09K 8/514 (2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

一种耐高温低损伤压井液及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种耐高温低损伤压井液,包括以下质量份的原料:100-150份水,20-60份复合盐,1.6-2.5份改性瓜尔胶,1-1.7份植物性烷基多糖苷,2-3份功能聚合物,0.02-0.04份氟钛酸钠;所述改性瓜尔胶是羟丙基瓜尔胶和聚乙二醇二缩水甘油醚反应得到;所述复合盐是无机盐和有机盐的复配;所述无机盐不包括卤盐。本发明压井液配方简单,使用了改性瓜尔胶、植物性烷基多糖苷和复合盐的复配体系,环保无毒,封堵性好,低滤失,避免漏失对储层的损害粘度高,密度可调,可耐受180°C高温老化,可生物降解,对岩心污染小,是一种无损或者低损的无固相压井液,可以广泛应用于各类油井。

1. 一种耐高温低损伤压井液,其特征在于,包括以下质量份的原料:100-150份水,20-60份复合盐,1.6-2.5份改性瓜尔胶,1-1.7份植物性烷基多糖苷,2-3份功能聚合物,0.02-0.04份氟钛酸钠;

所述改性瓜尔胶是羟丙基瓜尔胶和聚乙二醇二缩水甘油醚反应得到;所述改性瓜尔胶通过包括以下步骤的制备方法得到:100质量份羟丙基瓜尔胶溶解于400-500质量份醇水溶液中,加入60-90质量份聚乙二醇二缩水甘油醚,在碱存在下,60-80°C反应5-10h,得到改性瓜尔胶的溶液,浓缩至固含量20-30 wt%,备用;所述聚乙二醇二缩水甘油醚的数均分子量为500-800;

所述复合盐是无机盐和有机盐的复配;所述无机盐不包括卤盐;所述有机盐选自腐殖酸钠、双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠中的至少一种;

所述功能聚合物是以下质量份的单体共聚得到:10-13份不饱和羧酸、1-1.5份乙烯基三烷氧基硅烷,4.2-5.7份2-丙烯酰胺基-2-苯基乙磺酸、0.2-0.3份磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯、0.2-0.3份聚乙二醇二丙烯酸酯;所述聚乙二醇二丙烯酸酯的数均分子量为300-500;所述功能聚合物的重均分子量为20000至30000。

2. 根据权利要求1所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,制备功能聚合物所用到的单体中,所述不饱和羧酸选自丙烯酸,甲基丙烯酸、马来酸中的至少一种;所述乙烯基三烷氧基硅烷选自乙烯基三乙氧基硅烷、乙烯基三丙氧基硅烷中的至少一种。

3. 根据权利要求1所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,功能聚合物的制备方法包括以下步骤:将单体不饱和羧酸、乙烯基三烷氧基硅烷、2-丙烯酰胺基-2-苯基乙磺酸、磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯、聚乙二醇二丙烯酸酯、引发剂和链转移剂加入到醇水混合溶液中,升温至60-80°C反应5-8h,反应结束后,用碱液中和,得到功能聚合物。

4. 根据权利要求3所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,所述醇水混合溶液中醇体积占比为60-80%,所述醇为乙醇;所述引发剂为水溶性自由基引发剂。

5. 根据权利要求4所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,所述引发剂为过硫酸盐和亚硫酸氢盐按照质量比1-2:1-2的复配,所述过硫酸盐选自过硫酸铵、过硫酸钾中的至少一种,所述亚硫酸氢盐选自亚硫酸氢钠,亚硫酸氢钾中的至少一种。

6. 根据权利要求3所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,引发剂用量是单体总和质量的1-2%;所述链转移剂选自巯基丙酸、巯基乙酸中的至少一种,链转移剂用量是单体总和质量的0.5-0.8%;所述碱液是5-10wt%的氢氧化钠和/或氢氧化钾,碱液中和至pH为7-7.5。

7. 根据权利要求1所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,所述无机盐选自六偏磷酸钠、六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、磷酸二氢钾、硫酸钠、硫酸钾中的至少一种;所述有机盐为腐殖酸钠和双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按照质量比3-5:1的复配;无机盐和有机盐的质量比为1-1.5:1。

8. 根据权利要求7所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,所述无机盐为六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、硫酸钠按照质量比1-2:1-2:2-4的混合物。

9. 根据权利要求1所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,所述醇水溶液中醇体积分数为30-50%。

10. 根据权利要求1所述的耐高温低损伤压井液,其特征在于,所述植物性烷基多糖苷选自己基葡萄糖苷、庚基葡萄糖苷、辛基葡萄糖苷、椰油基葡萄糖苷、月桂基葡萄糖苷中的

至少一种。

11. 根据权利要求10所述的耐高温低损伤压井液, 其特征在于, 所述植物性烷基多糖苷为己基葡萄糖苷和月桂基葡萄糖苷按照质量比3-4:1的复配。

12. 权利要求1-11任一项所述的耐高温低损伤压井液的制备方法, 其特征在于, 包括以下步骤: 根据需要的压井液密度, 在水中加入复合盐, 搅拌溶解为均相溶液后, 加入改性瓜尔胶, 植物性烷基多糖苷, 功能聚合物和氟钛酸钠, 搅拌均匀, 得到耐高温低损伤压井液。

一种耐高温低损伤压井液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于油井工作液领域,特别涉及一种耐高温低损伤压井液及其制备方法。

背景技术

[0002] 压井液,是油井作业中的重要工作液。在修井过程中,对生产层进行压井、洗井、侧钻射孔等控制油层压力操作所使用的工作液,称为压井液。主要目的是为了防止井喷、井漏,密度根据油藏压力和深度选择。特别是油气井进入开发后期,在进行修井、更换时,需要在井筒注满压井液,防止井喷,井壁坍塌等现象,以达到保证作业施工安全、井筒清洁和储层保护的的目的。

[0003] 目前常规完井液在应用中主要存在以下问题:1.高含CO₂、H₂S气藏的强腐蚀性;针对储层埋藏深、抗高温能力差;2.失水大、漏失严重,污染储层;固相污染引入二次伤害;3.常规含Cl⁻、Ca²⁺的压井液,存在盐腐蚀、储层污染;4.失水高、粘度低。理想的压井液密度可调,方便平衡地层压力;井下温度和压力条件下各项参数保持稳定,粘度高,滤失量低。为了增加压井液粘度,一般常用羟乙基纤维素类(HEC)的增黏剂,因为HEC对油井储层地质基本没有损害,但是其抗滤失和耐高温性能不好。现有技术还有使用多糖类物质作为增粘剂的,比如黄原胶、褐藻胶、海藻糖、壳聚糖、半乳甘露聚糖等。但是此类多糖抗温性/抗盐性比较差,在较高温度或者较高盐度条件无法保持良好的性能。目前大部分压井液中密度调节剂采用无机盐,比如卤盐(NaCl、KCl、CaCl₂等)或者甲酸盐(甲酸钠、甲酸钾、甲酸铯等)。但是卤盐的使用会明显加剧对油管 and 设备的腐蚀,而甲酸盐类密度调节剂价格昂贵。

[0004] CN110846014A公开了一种压井液,其中携带液中含有牛脂胺聚氧乙烯醚和牛脂基二羟乙基甜菜碱,两种表面活性剂的配合作用是具有很好的稳定性和增粘作用,同时对油井地层损害轻,但是表面活性剂价格昂贵,导致该专利压井液成本高;而且该压井液不耐高温。

[0005] CN111621268A公开了一种抗高温交联多糖聚合物制成的钻井液,包括50-85份多糖聚合物、1-10份异氰酸酯、0.01-0.5份催化剂,10-45份有机溶剂。该专利利用多糖聚合物结构上的羟基和异氰酸酯反应,产生化学交联结构,达到抗高温的目的。但是该专利中含有大量有机溶剂。而且其羟基和异氰酸酯的反应速度较快,如果控制不当,会过快发生交联,导致工作深度不够。在实践运行中并不便于操作。

[0006] CN115074096A公开了一种基于疏水二氧化硅的油基钻井液体系,包括疏水改性纳米二氧化硅、十八烷基三甲基氯化铵、有机土、氧化沥青、氧化钙、重晶石、白油和水。该专利的钻井液物料仅能分散在白油和水,并不是一种无固相的油井工业液。而且疏水改性纳米二氧化硅即难以分散在水中,也难以分散在油中。必须配合增粘剂提高水相粘度,才能对固相材料起悬浮作用,该专利钻井液体系的性能是否能满足油井需求,还有待考察。而且其采用了季铵盐阳离子表面活性剂,当遇到高盐水环境时,可能失去作用,即抗盐性不能满足要求。

[0007] 申请人在前的专利CN202310905631.7公开了一种多糖/复合盐无固相压井液,包

括以下质量份的原料:100份水,20-60份复合盐,1.4-2.2份改性壳聚糖,1-1.7份植物性烷基多糖苷,3-5份功能聚合物,0.02-0.04份氟钛酸钠。该压井液具有很好的耐高温性能,180℃滚动16h热老化后,密度、表观粘度、切动力、HTHP滤失量没有明显不利编号,具有优异的耐高温性能。但是经过实践,该压井液无固相,不会堵塞岩石孔道,对地层伤害较小,但是仍对岩心有一定伤害。

[0008] 因此,亟需开发一种综合性能优异的压井液,能耐高温,对地层岩心伤害低的压井液。

发明内容

[0009] 为了解决目前压井液还不能满足实际油井工作的要求,特别是耐高温性、低损伤性还有待进一步提升,本发明提出了一种耐高温低损伤压井液,所述压井液在能够耐受180℃高温,性能保持稳定;在岩心模拟实验中对岩心的渗透率程度低,说明具有对地层损伤程度低;同时本发明压井液具有较好的生物可降解性,多糖和聚合物不会残留地层造成污染和伤害。本发明压井液在目前环保的大前提下具有更高的实用性,能够满足目前日益增长的对地层损伤低的要求。

[0010] 本发明通过以下技术方案实现上述目的:

[0011] 一种耐高温低损伤压井液,包括以下质量份的原料:100-150份水,20-60份复合盐,1.6-2.5份改性瓜尔胶,1-1.7份植物性烷基多糖苷,2-3份功能聚合物,0.02-0.04份氟钛酸钠;

[0012] 所述改性瓜尔胶是羟丙基瓜尔胶和聚乙二醇二缩水甘油醚反应得到;

[0013] 所述复合盐是无机盐和有机盐的复配;所述无机盐不包括卤盐(氯盐、溴盐、碘盐);所述有机盐选自腐殖酸钠、双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按中的至少一种;

[0014] 所述功能聚合物是以下质量份的单体共聚得到:10-13份不饱和羧酸、1-1.5份乙烯基三烷氧基硅烷,4.2-5.7份2-丙烯酰胺基-2-苯基乙磺酸、0.2-0.3份磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯、0.2-0.3份聚乙二醇二丙烯酸酯;所述聚乙二醇二丙烯酸酯的数均分子量为300-500;所述功能聚合物的重均分子量为20000至30000。

[0015] 相比于发明人之前的专利技术中,本发明在功能聚合物中加入了具有一定交联特性的聚乙二醇二丙烯酸酯,同时以聚乙二醇改性的瓜尔胶代替了壳聚糖。聚乙二醇链段会赋予功能聚合物更好的增粘效果,并且不会对压井液的降滤失量造成不利影响,功能聚合物的用量可以进一步缩减,减少因聚合物不能及时降解带来对地层的伤害。

[0016] 功能性聚合物的原料中,磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯和聚乙二醇二丙烯酸酯都起交联作用,增加聚合物的耐盐性和耐高温稳定性。但是注意,磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯不能替换为2-羟乙基甲基丙烯酸酯磷酸酯。2-羟乙基甲基丙烯酸酯磷酸酯具有三个碳碳不饱和双键,虽然交联度会更高,但是没有P-OH基团。功能聚合物制备后,需将和碱反应,羧酸转化为羧酸盐,P-OH会转化为P-OM(M为Na或K),以增加功能聚合物的水溶性。本发明在压井液液中创造性加入特定比例的特定单体共聚制得的功能聚合物,聚合物主链和支链含有丰富的官能团,比如羧基、磷酸基、磺酸基、硅氧烷基、PEG链段,本发明中功能性聚合物虽然加入量小,但是发挥多种作用,起到降滤失、润滑、抑制、流变性调整等多功能于一身。

[0017] 进一步地,制备功能聚合物所用到的单体中,所述不饱和羧酸选自丙烯酸,甲基丙烯酸、马来酸中的至少一种;所述乙烯基三烷氧基硅烷选自乙烯基三乙氧基硅烷、乙烯基三丙氧基硅烷中的至少一种。

[0018] 进一步地,功能聚合物的制备方法包括以下步骤:将单体不饱和羧酸、乙烯基三烷氧基硅烷、2-丙烯酰胺基-2-苯基乙磺酸、磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯、聚乙二醇二丙烯酸酯、引发剂和链转移剂加入到醇水混合溶液中,升温至60-80°C反应5-8h,反应结束后,用碱液中和,得到功能聚合物的溶液。配制压井液时,可以直接使用功能聚合物溶液,也可以将功能聚合物溶液干燥至粉末状使用。如果以功能聚合物的溶液使用,稀释或者浓缩至固含量30-40%。

[0019] 更进一步地,所述醇水混合溶液中醇体积占比为60-80% (以醇和水按照6:4至8:2混合),所述醇为乙醇;所述引发剂为水溶性自由基引发剂,比如过硫酸盐和亚硫酸氢盐按照质量比1-2:1-2的复配,所述过硫酸盐选自过硫酸铵、过硫酸钾中的至少一种,所述亚硫酸氢盐选自亚硫酸氢钠,亚硫酸氢钾中的至少一种。引发剂用量是单体总和质量的1-2%;所述链转移剂选自巯基丙酸、巯基乙酸中的至少一种,链转移剂用量是单体总和质量的0.5-0.8%;所述碱液是5-10wt%的氢氧化钠和/或氢氧化钾,碱液中和至pH为7-7.5。加入链转移剂是为了使功能聚合物分子量分散较窄。如果不加入链转移剂,所得功能聚合物分子量分散较宽,高分子链有长有短,不利于提功能聚合物发挥作用。

[0020] 进一步地,所述无机盐不包括卤盐(NaCl、NaBr、KCl、KBr、CaCl₂、CaBr₂等),具体选自六偏磷酸钠、六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、磷酸二氢钾、硫酸钠、硫酸钾中的至少一种;所述有机盐为腐殖酸钠和双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按照质量比3-5:1的复配。无机盐和有机盐的质量比为1-1.5:1。选择上述复配的有机酸盐,能够在不加入缓蚀剂的情况下就具有很好的防腐效果,并且具有极为优异的热稳定性。

[0021] 更进一步地,所述无机盐为六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、硫酸钠按照质量比1-2:1-2:2-4的混合物。

[0022] 本发明的无固相压井液密度为1.27-1.61g/cm³,压井液密度通过复合盐用量调整,复合盐用量越多,压井液密度越大。可以根据不同的油井需求,通过控制复合盐用量调节压井液密度。

[0023] 进一步地,所述改性瓜尔胶通过包括以下步骤的制备方法得到:100质量份羟丙基瓜尔胶溶解于400-500质量份醇水溶液中(醇体积分数为30-50%,醇为乙醇、异丙醇中的至少一种),加入60-90质量份聚乙二醇二缩水甘油醚,在碱存在下,60-80°C反应5-10h,得到改性瓜尔胶的溶液,浓缩至固含量20-30wt%,备用;所述聚乙二醇二缩水甘油醚的数均分子量为500-800。瓜尔胶是一种天然的聚半乳甘露糖胶,其在造纸工业中得到广泛应用。目前在油井添加剂中也有一些应用。瓜尔胶可以溶于水,具有很好的增稠性,粘度是相同分子量淀粉的数倍。但是直接采用瓜尔胶效果并不好。本发明得到的改性瓜尔胶是聚乙二醇链段链接两个瓜尔胶单元,具有较高的粘度和分子量。在水溶液中,高分子链段伸展,具有很好的增粘效果以及抗盐效果。发明人推测,改性瓜尔胶和植物性烷基多糖苷具有一定的协同配合作用,改性瓜尔胶与植物性烷基多糖苷才生一定的分子间作用力,可以更有效起到降滤失作用。相比于发明人之前采用改性壳聚糖,本发明采用改性瓜尔胶,具有更好的效果,而且生物可降解性更强,更有利于压井液的综合性能提升。

[0024] 进一步地,所述植物性烷基多糖苷选自己基葡萄糖苷、庚基葡萄糖苷、辛基葡萄糖苷、椰油基葡萄糖苷、月桂基葡萄糖苷中的至少一种;优选为己基葡萄糖苷和月桂基葡萄糖苷按照质量比3-4:1的复配。长短链配合的烷基葡萄糖苷更能提高压井液性能。烷基葡萄糖苷已经在洗涤剂、化妆品、食品等日用化工领域中得到了广泛的应用。其具有很好的乳化能力和稳定性。

[0025] 本发明第二个目的是提供上述耐高温低损伤压井液的制备方法,包括以下步骤:

[0026] 根据需要的压井液密度,在水中加入复合盐,搅拌溶解为均相溶液后,加入改性瓜尔胶,植物性烷基多糖苷,功能聚合物和氟钛酸钠,搅拌均匀,得到耐高温低损伤压井液。

[0027] 相对于现有技术的压井液,本发明的优异效果在于:

[0028] 一、本发明压井液配方简单,使用了改性瓜尔胶、植物性烷基多糖苷和复合盐的复配体系,环保无毒,封堵性好,低滤失,避免漏失对储层的损害粘度高,具有一剂多能的特点。

[0029] 二、本发明复合盐为有机盐,密度在 $1.27-1.61\text{g}/\text{cm}^3$ 之内可以自由调控,并且在高剂量下也基本没有腐蚀性,避免了无机盐的高腐蚀性,可以安全长久应用于油井而不会对设备和油管产生腐蚀。

[0030] 三、本发明压井液抗温可达 180°C ,在 180°C 高温老化后,密度、表观粘度和HTHP滤失量基本没有变化;并且抗盐性也好,在饱和钙溶液中保持良好的流变性。

[0031] 四、本发明压井液具有很好的可生物降解率;此外,压井液经过岩心渗透率试验,对岩心污染小。综合而言,本发明提供的压井液对油层地质没有损害和污染,是一种无损或者低损的无固相压井液。可以广泛应用于各类油井。

具体实施方式

[0032] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明的技术方案进行详细的描述。以下的实施例便于更好地理解本发明,但并不限定本发明。下述实施例中的实验方法,如无特殊说明,均为常规方法。

[0033] 羟丙基瓜尔胶采购自山东广浦生物科技有限公司,型号GP-200,水不溶物 $\leq 4\%$, 30°C 表观粘度 $85\text{mpa}\cdot\text{s}$,羟丙基取代度0.38。

[0034] 制备例1

[0035] 将单体10质量份丙烯酸,5.7质量份2-丙烯酰胺基-2-苯基乙磺酸,1.5质量份乙烯基三烷氧基硅烷,0.2质量份磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯,0.3质量份聚乙二醇二丙烯酸酯(数均分子量300),0.2质量份引发剂(过硫酸钾和亚硫酸氢钠按照质量比2:1的复配),0.1质量份链转移剂巯基丙酸加入乙醇体积分数60%的乙醇-水溶液中,升温至 55°C 反应8h,反应结束后,用5wt%NaOH溶液中和至pH为7.5,浓缩至固含量30wt%,得到功能聚合物的溶液,冷冻干燥得到聚合物干粉。经过测试,本制备例所得功能聚合物重均分子量约22500,分子量分布指数 $(M_w/M_n) = 1.85$ 。

[0036] 制备例2

[0037] 将单体13质量份甲基丙烯酸,4.2质量份2-丙烯酰胺基-2-苯基乙磺酸,1质量份乙烯基三烷氧基硅烷,0.3质量份磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯,0.3质量份聚乙二醇二丙烯酸酯(数均分子量500),0.2质量份引发剂(过硫酸钾和亚硫酸氢钠按按照质量比2:1的复

配), 0.1质量份链转移剂巯基丙酸加入到乙醇和水按照体积比2:1的混合溶液中, 升温至60°C反应8h, 反应结束后, 用5wt% NaOH溶液中和至pH为7.5, 浓缩至固含量30wt%, 得到功能聚合物的溶液, 冷冻干燥得到聚合物干粉。经过测试, 本制备例所得功能聚合物重均分子量约25100, 分子量分布指数 (M_w/M_n) = 1.82。

[0038] 制备例3

[0039] 100质量份羟丙基瓜尔胶溶解于400质量份的乙醇体积分数40%的乙醇-水溶液中, 加入60质量份聚乙二醇二缩水甘油醚(数均分子量500), 加入NaOH, 在碱性条件下, 60°C反应6h, 浓缩至固含量25wt%, 得到改性瓜尔胶溶液。

[0040] 制备例4

[0041] 100质量份羟丙基瓜尔胶溶解于400质量份的乙醇体积分数40%的乙醇-水溶液中, 加入90质量份聚乙二醇二缩水甘油醚(数均分子量500), 加入NaOH, 在碱性条件下, 60°C反应8h, 浓缩至固含量25wt%, 得到改性瓜尔胶溶液。

[0042] 对比制备例1

[0043] 其他条件和制备例1相同, 区别在于不加入乙烯基三烷氧基硅烷。

[0044] 对比制备例2

[0045] 其他条件和制备例1相同, 区别在于不加入磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯, 聚乙二醇二丙烯酸酯用量为0.5质量份。

[0046] 对比制备例3

[0047] 其他条件和制备例1相同, 区别在于磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯替换为等质量的N,N'-亚甲基双丙烯酰胺。

[0048] 对比制备例4

[0049] 其他条件和制备例1相同, 区别在于不加入聚乙二醇二丙烯酸酯, 磷酸氢二(甲基丙烯酰氧乙基)酯用量为0.5质量份。

[0050] 实施例1

[0051] 复合盐为无机盐(六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、硫酸钠按照质量比1:1:3的混合物)和有机盐(腐殖酸钠和双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按照质量比3:1的混合物)按照质量比1.5:1的复配。实施例1的复合盐, 能够抑制粘土成分水化, 环保无毒, 不含有卤盐, 腐蚀性极低, 对金属材料和橡胶密封件具有兼容性。

[0052] 在100质量份水中, 加入不同质量份的复合盐, 测试其密度, 结果如下表1所示, 由于其他组分对压井液密度影响较小, 因为把实施例1中水和复合盐构成的体系近似看做是压井液的密度。

[0053] 表1压井液密度

复合盐加入量	密度(g/cm ³)	复合盐加入量	密度(g/cm ³)
20 份	1.27	45 份	1.54

[0054]

[0055]	25 份	1.35	50 份	1.57
	30 份	1.41	55 份	1.59
	35 份	1.46	60 份	1.61
	40 份	1.50	-	-

[0056] 实施例2

[0057] 在100质量份水中加入50质量份复合盐,复合盐与实施例1相同,为无机盐(六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、硫酸钠按照质量比1:1:3的混合物)和有机盐(腐殖酸钠和双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按照质量比3:1的混合物)按照质量比1.5:1的复配,搅拌溶解为均相溶液后,加入8质量份制备例3制得的改性瓜尔胶溶液,1.4质量份烷基葡萄糖苷(己基葡萄糖苷和月桂基葡萄糖苷按照质量比3:1的复配),3质量份制备例1制得的功能聚合物干粉和0.03质量份氟钛酸钠,搅拌均匀,得到多糖/复合盐无固相压井液。

[0058] 实施例3

[0059] 在100质量份水中加入50质量份复合盐,复合盐与实施例1相同,为无机盐(六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、硫酸钠按照质量比1:1:3的混合物)和有机盐(腐殖酸钠和双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按照质量比3:1的混合物)按照质量比1.5:1的复配,搅拌溶解为均相溶液后,加入10质量份制备例4制得的改性瓜尔胶溶液,1质量份烷基葡萄糖苷(己基葡萄糖苷和月桂基葡萄糖苷按照质量比4:1的复配),2质量份制备例1制得的功能聚合物干粉和0.04质量份氟钛酸钠,搅拌均匀,得到多糖/复合盐无固相压井液。

[0060] 实施例4

[0061] 在100质量份水中加入50质量份复合盐,复合盐与实施例1相同,为无机盐(六偏磷酸钾、磷酸二氢钠、硫酸钠按照质量比1:1:3的混合物)和有机盐(腐殖酸钠和双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸钠按照质量比3:1的混合物)按照质量比1.5:1的复配,搅拌溶解为均相溶液后,加入6.4质量份制备例3制得的改性瓜尔胶溶液,1.7质量份烷基葡萄糖苷(己基葡萄糖苷和月桂基葡萄糖苷按照质量比4:1的复配),4质量份制备例1制得的功能聚合物干粉和0.04质量份氟钛酸钠,搅拌均匀,得到多糖/复合盐无固相压井液。

[0062] 实施例5

[0063] 其他条件和实施例2相同,区别在于烷基葡萄糖苷为单一的己基葡萄糖苷。

[0064] 实施例6

[0065] 其他条件和实施例2相同,区别在于烷基葡萄糖苷为单一的月桂基葡萄糖苷。

[0066] 对比例1

[0067] 其他条件和实施例2相同,区别在于改性瓜尔胶直接替换为等质量的羟丙基瓜尔胶。

[0068] 对比例2

[0069] 其他条件和实施例2相同,区别在于功能聚合物为对比制备例1制得。

[0070] 对比例3

[0071] 其他条件和实施例2相同,区别在于功能聚合物为对比制备例2制得。

[0072] 对比例4

[0073] 其他条件和实施例2相同,区别在于功能聚合物为对比制备例3制得。

[0074] 对比例5

[0075] 其他条件和实施例2相同,区别在于功能聚合物为对比制备例4制得。

[0076] 对比例6

[0077] 其他条件和实施例2相同,区别在于不加入氟钛酸钠。

[0078] 效果例1耐高温测试

[0079] 实验是温度达到180°C后滚动16h热老化后,测试密度,表观粘度的变化,结果如下表2所示。

[0080] 表2耐高温测试

压井液	实验条件	密度 (g/cm ³)	表观粘度 (mPa .s)	切动力 (Pa)
实施例 2	老化前	1.51	36.2	5.2
	180°C 滚动 16h	1.51	35.9	5.2
对比例 1	老化前	1.51	36.2	5.1
	180°C 滚动 16h	1.50	33.7	4.9
对比例 5	老化前	1.51	36.1	5.2
	180°C 滚动 16h	1.51	35.6	5.1

[0082] 实施例2的压井液经过180°C老化后,密度、表观粘度、塑性粘度、切力保持稳定,说明本发明压井液体系抗高温性能好,储气库井底温度在150°C左右,能够满足储气库作业要求。

[0083] 实施例3-6,对比例2-4在耐高温测试中,和实施例1接近,都表现出优异的耐高温性能。而对比例1不使用改性的瓜尔胶,表观粘度收到高温老化后下降较多。

[0084] 效果例2压井液性能测试

[0085] 以实施例和对比例的压井液进行性能测试,结果如下表3所示。

[0086] 腐蚀率测试参照SY/T 0026-1999方法进行。

[0087] 粘土膨胀率测试参照SY/T 5971-1994方法进行。

[0088] HTHP滤失量是在180°C,顶部压力600psi,回压100psi时,30分钟测得滤液体积。

[0089] 生物可降解性按照BOD₅/COD_{Cr}进行测试,比值在0.3以上为可生物降解,本发明全部压井液都满足可生物降解。

[0090] 表3压井液性能测试

压井液	13Cr 钢材 腐蚀率 (mm/a)	粘土 24h 膨胀率 (%)	HTHP 滤失 量(mL)	180℃滚动 16h 后 HTHP 滤失量(mL)
实施例 2	0.0023	7.94	5.1	5.1
实施例 3	0.0025	8.02	5.1	5.2
实施例 4	0.0026	7.96	5.1	5.2
实施例 5	0.0023	8.00	5.3	5.5
实施例 6	0.0024	7.95	5.3	5.6
对比例 1	0.0023	8.54	6.2	9.4
对比例 2	0.0041	9.25	7.2	7.8
对比例 3	0.0024	7.96	5.2	6.0
对比例 4	0.0023	8.12	5.1	6.2
对比例 5	0.0031	9.08	6.7	8.2
对比例 6	0.0024	7.96	5.2	5.7

[0092] 通过表3数据,可以看出,本发明提供的压井液具有优异的综合性能,对金属腐蚀率极低,同时和橡胶密封件具有兼容性;具有低滤失,封堵性好,水锁效应低,在高温高压的滤失量低,并且耐高温稳定性好,经过180℃老化,密度、粘度、切动力、抗滤失性能都基本没有变化,能够满足升平储气库作业要求。

[0093] 效果例3岩心伤害测试

[0094] 采用岩心流动试验,取若干已经洗油、洗盐的岩心进行平行试验,以煤油测试岩心的原始渗透率,在使用本发明实施例和对比例配制的压井液对岩心进行污染,再测试污染后的岩心渗透率,岩心伤害程度按照以下公式计算得到: $D = (1 - K_2/K_1) \times 100\%$,其中 K_1 为岩心原始渗透率的平均值, K_2 为压井液伤害后岩心渗透率。经过压井液伤害后,渗透率下降程度越少,说明对地层伤害越小。分别对两组不同原始渗透率的岩心进行测试,低渗透率组岩心初始渗透率(污染前渗透率)为 $30 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ 至 $50 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$;高渗透率组岩心初始渗透率(污染前渗透率)为 $150 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ 至 $200 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$,每组取三个初始渗透率在上述范围内的岩心进行伤害率测试,最终结构取平均值。结果如下表4所示。

[0095] 表4岩心伤害测试

[0096]

压井液	低渗透率组岩 心伤害率(%)	高渗透率组岩 心伤害率(%)
实施例 2	3.6	3.4
实施例 3	3.7	3.4
实施例 4	3.5	3.6
实施例 5	3.6	3.5
实施例 6	3.5	3.5
对比例 1	5.2	4.8
对比例 2	3.6	3.4
对比例 3	3.5	3.4
对比例 4	3.6	3.5
对比例 5	4.4	4.3
对比例 6	3.6	3.4