



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **176359**

(13) B

(51) Int Cl⁵ C 09 K 7/02

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr
(22) Inng. dag
(24) Løpedag
(41) Alm. tilgj.
(44) Utlegningsdato

872085
19.05.87
19.05.87
21.11.88
12.12.94

(86) Int. inng. dag og
søknadsnummer
(85) Videreføringsdag
(30) Prioritet

Ingen

(71) Patent søker
(72) Oppfinner

Aqualon Co, 1313 N. Market Street, Hercules Plaza, Wilmington, DE 19899-8740, US
Chen-Fa Lu, Newark, DE, US
Carl Andrew Lukach, Wilmington, DE, US
Robert Rein Pas, London, England, GB
Bryns Patentkontor AS, Oslo

(54) Benevnelse

Karboksymetyl-guar-baserte borefluidpreparater

(56) Anførte publikasjoner US 3960736

(57) Sammendrag

Beskrevet er 1) borefluidpreparater bestående hovedsakelig av et vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann og ledningsvann, naturlig og syntetisk sjøvann, og naturlig og syntetisk saltvannsoppløsning, og karboksymetylguar som har en substitusjonsgrad (D.S.) på 0,1 til 0,4; 2) borefluidpreparater bestående i det vesentlige av et vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann og ledningsvann, naturlig og syntetisk sjøvann, og naturlig og syntetisk saltvannsoppløsning, en karboksymetylguar som har en D.S. på fra 0,1 til 0,4, og et metallsalt valgt fra gruppen bestående av vannoppløslige metallkarbonater og -bikarbonater; og 3) borefluidpreparater bestående hovedsakelig av et vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann og ledningsvann, en karboksymetylguar som har en D.S. på fra 0,1 til 0,4, et metallsalt valgt fra gruppen bestående av vannoppløslige metallkarbonater og -bikarbonater, og et flerverdig metallsalt som ikke er et karbonat.

Foreliggende oppfinnelse vedrører borefluidpreparater for anvendelse i brønnboringer som traverserer underjordiske formasjoner.

5 Borefluider, eller boreslam som det typisk betegnes innen industrien, benyttes ved boring av olje-, gass- eller vannbrønner for å transportere borkaks til overflaten av brønnen, for å kontrollere formasjonstrykk, for å opprett-
10 holde stabiliteten i uforede deler av borehullet, beskytte produktive formasjoner, og avkjøle og smøre borkronene og borestrengen. Følgelig må et borefluid ha visse egenskaper, dvs. lavt fluidtap eller filtreringskontroll, suspensjonsevne for faste stoff, skalldannelsesinhibering, skjær-ufølsomhet, termisk stabilitet, pseudoplastisitet og tålbarhet for
15 flerverdige kationer.

Selv om det tidligere har vært foreslått å anvende guar og dets derivater som additiver i borefluider har de hittil ikke vært benyttet i betydelig grad idet slike borefluider viser
20 tendens til å flokkulere leiren og faste stoffer, og ikke er biostabile, og videre er termisk stabile bare ved lave temperaturer, f.eks. 66°C eller lavere. Følgelig har anvendelsen av borefluider inneholdende guar eller guarderivater vært begrenset til grunne brønner, hovedsakelig i
25 borefluider for ikke-sirkulerende systemer hvor det brukte slammet avhendes øyeblikkelig i en boreslamtank etter at det er kommet til overflaten av brønnen.

Videre har tidligere kjent teknikk ikke beskrevet eller
30 foreslått anvendelsen av en karboksymetylguar, og absolutt ikke en karboksymetylguar som har en kritisk substitusjonsgrad (D.S.-degree of substitution), i kombinasjon med et vandig medium som et borefluid for høytemperaturanvendelser, dvs. ved temperaturer større enn 66°C.

35

Ved foreliggende oppfinnelse tilveiebringes et borefluidpreparat som er kjennetegnet ved at det i det vesentlige

består av (a) et vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann og ledningsvann, naturlig og syntetisk sjøvann, og naturlig og syntetisk saltvannsoppløsning; og (b) en karboksymetylguar som har en D.S.-verdi på fra 0,1 til 0,4, hvori
5 karboksymetylguaren har en Ubbelohde redusert spesifikk viskositet i 2 vekt-% KCl på større enn 10.

Det er høyst uventet at man derved oppnår et borefluid-preparat som tåler omgivelser med kalsium og høy ionestyrke
10 ved forhøyede temperaturer opp til 93°C, og som har gode reologisk og fluidtapsegenskaper, viser utmerket leire- og skalldannelsesinhivering, og som ikke viser noen indikasjon på flokkulering eller gelering av leiren eller de aktive borefaststoffene. Fortrinnsvis er D.S. for karboksymetyl fra
15 0,25 til 0,4, mest foretrukket fra 0,25 til 0,36. Karboksymetylguaren har en Ubbelohde-reduert spesifikk viskositet (RSV), dvs. spesifikk viskositet dividert med polymerkonsentrasjonen (0,05 g/dl) i 2 vekt-% KCl på større enn 10, fortrinnsvis større enn 18, mest foretrukket større enn 20
20 til 26.

I en annen utførelse av oppfinnelsen gir borefluidpreparatet ifølge oppfinnelsen forbedret termisk stabilitet opptil minst 135°C ved tilsats av et vannoppløselig metallkarbonat eller
25 -bikarbonat, så som kalium- eller natriumkarbonat eller bikarbonat, alene i et vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann eller ledningsvann, naturlig og syntetisk sjøvann, og naturlig og syntetisk saltvannsoppløsning, eller i kombinasjon med et flerverdig metallsalt som
30 ikke er karbonat i ferskvann. Flerverdig metallsalt som ikke er karbonat, slik betegnelsen benyttes i foreliggende beskrivelse, betyr et flerverdig metallsalt som ikke er et flerverdig metallkarbonat eller -bikarbonat. Egnede flerverdige metaller innbefatter magnesium, kalsium, aluminium eller
35 jern og egnede flerverdige metallsalter innbefatter klorid og bromid.

Typisk er det vannoppløselige metallkarbonatet eller -bikarbonatet tilstede i en mengde fra 2,85 kg/m³ til 57,10 kg/m³, fortrinnsvis fra 2,83 kg/m³ til 28,53 kg/m³, mest foretrukket fra 8,56 kg/m³ til 28,53 kg/m³. Det flerverdige metallsaltet som ikke er karbonat er fortrinnsvis tilstede i en mengde fra 2,85 kg/m³ til 14,26 kg/m³, fortrinnsvis fra 2,85 kg/m³ til 11,41 kg/m³.

D.S.-verdien for karboksymetylguaren er kritisk for fremstillingen av borefluidene ifølge foreliggende oppfinnelse. D.S. er det gjennomsnittlige antallet karboksymetylgrupper pr. anhydro-sukkerenhet i guargummien. Når f.eks. D.S.-verdien for karboksymetylguar er større enn 0,4 påvirkes skalldannelsesinhiberingsegenskapene i negativ retning og tålbarheten for flerverdig ioniske omgivelser, så som kalsiumtålbarheten, reduseres. Når D.S.-verdien for karboksymetylguaren er mindre enn 0,1 påvirkes flytgrensen, den tilsynelatende viskositeten, skalldannelsesinhiberingen og fluidtapsegenskapene i negativ retning.

Karboksymetylguar fremstilles fra guargummi som er avledet fra frøet av guarplanten, *Cyamopsis tetragonolobus*, familien Leguminosae. Guargummi er kommersielt tilgjengelig.

Karboksymetylguar fremstilles ved en hvilken som helst kjent fremgangsmåte for fremstilling av natriumkarboksymetylcellulose, bortsett fra at guarmel anvendes i stedet for cellulose. Typisk fremstilles CM-guar ved å tilsette en 50% vandig kaustisk oppløsning inneholdende 1,2 mol kaustisk forbindelse, f.eks. en vandig oppløsning av natriumhydroksyd, til guarmel i nærvær av et fortynningsmiddel, så som isopropylalkohol, t-butylalkohol og aceton, og omrøring inntil bestanddelene er omhyggelig blandet, og deretter tilsetning av 0,5 mol monoklorediksyre pr. mol anhydro-sukkerenhet i guarmolekylet til reaksjonsblandingen, oppvarming til 60-80°C, fortrinnsvis ca. 70°C, og opprettholdelse av denne temperaturen i 1 til 5 timer, fortrinnsvis ca. 2 timer,

utvinning av produktet, om nødvendig, rensing ved en hvilken som helst konvensjonell fremgangsmåte og tørking.

Området av ønskede egenskaper for et borefluidpreparat er som følger:

Tilsynelatende viskositet (AV) = 10-30 cps

Plastisk viskositet (PV) = 5-20 cps

Flytgrense (YP) = 0,49-1,46 kg/m²

10 sekunders gelstyrke = 0,24-0,98 kg/m²

10 minutters gelstyrke = 0,49-1,46 kg/m²

Fluidtap = mindre enn 15 ml/30 minutter.

De følgende eksemplene illustrerer trekk ved foreliggende oppfinnelse.

Alle deler og prosentangivelser som benyttes i foreliggende beskrivelse er vektdeler eller vekt-% med mindre annet er angitt.

EKSEMPEL 1

Dette eksemplet illustrerer en foretrukket spesifikk utførelse av preparatet ifølge oppfinnelsen, og hvordan dette fremstilles.

Borefluidpreparatet fremstilles ved å fylle en "Hamilton Beach" blander med 6,70 kg/m³ karboksymetylguar med en D.S. på 0,36 og 350 ml vann inneholdende 49,93 kg/m³ vannfri KCl og blande i 1 minutt. Fluidet overføres deretter til en "Multimixer" og blandes med 71,33 kg/m³ "Rev Dust" kalsium montmorilonitleire i ca. 30 minutter. Deretter reguleres pH til ca. 9,5 med en 15% NaOH oppløsningen.

De andre eksemplene og kontrolleksemplene fremstilles ved å anvende fremgangsmåten ifølge eksempel 1 med eventuelle ytterligere bestanddeler i tillegg til polymeren og vandig medium tilsatt etter at fluidet er overført til "Multimixeren". Bestanddelene som benyttes og mengdene av

hver bestanddel er angitt i tabellene i foreliggende beskrivelse.

5 "Rev Dust" kalsium montmorilonitt er en ikke-svellende leire med lav flytgrense, som simulerer borefaststoffer.

Med mindre annet er angitt ble de reologiske data som er angitt i foreliggende beskrivelse bestemt ved romtemperatur (23°C) ved anvendelse av en Bingham plastisk modell og et
10 "Fann 35" konsentrisk roterende viskosimeter og fremgangsmåtene ifølge API fremgangsmåte RB 13 B, paragraf 2. Preparatene som ble oppvarmet ble avkjølt til romtemperatur før viskosimeterdata ved hjelp av "Fann 35" ble registrert.

15 Den plastiske viskositeten (PV) er "Fann 35" eller "Fann 50" viskosimeteravlesningen ved 600 opm minus avlesningen ved 300 opm. Flytgrensen (YP) er "Fann 35" eller "Fann 50" viskosimeteravlesningen ved 300 opm minus PV. Den tilsynelatende viskositeten (AV) er viskositeten ved 600 opm. "Fann 35"
20 reologiske data for eksemplene 1 og 4 og kontrolleksempler 2, 3, 5 og 6 er angitt i tabell 1.

25

30

35

TABELL 1

Eksempel nr.	Slam	Kloridinnhold i basisfluid kg/m ³	Bestanddelar					"Fann 35" reologi" rontemp. (23°C)					
			CM guar kg/m ³	Guar kg/m ³	KCl, kg/m ³	"Rev Dust", kg/m ³	Xan- than, kg/m ³	CMC ^b kg/m ³	Stivelse ^c kg/m ³	3 opn, cps	300 opn, cps	600 opn, cps	YP PV, kg/ m ² cps
1	CM guar (0,36 D.S.)	0 ^a	6,70	-	49,9	71,3	-	-	500	53	35	17	1,76
2	Kontroll	0 ^a	-	-	49,9	71,3	2,85	2,85	700	52	35	18	1,66
3	Kontroll	0 ^a	-	6,70	49,9	71,3	-	-	1300	64	40	16	2,34
4	CM guar (0,36 D.S.)	d	6,70	-	49,9	71,3	-	-	700	59	38	17	2,05
5	Kontroll	d	-	-	49,9	71,3	2,85	2,85	600	50	35	20	1,46
6	Kontroll	d	-	6,70	49,9	71,3	-	-	1300	63	39	15	2,34

6

Eksempel nr.	Slam	Gelstyrke 10 sekunder kg/m ²	Gelstyrke 10 minutter kg/m ²
1	CM guar (0,36 D.S.)	0,24	0,27
2	Kontroll	0,44	0,54
3	Kontroll	0,68	0,73
4	CM guar (0,36 D.S.)	0,34	0,24
5	Kontroll	0,39	0,44
6	Kontroll	0,63	0,59

a Ferskvann

b CMC med en D.S. på 0,98

c Dekstrid stivelse

d Sjøvann inneholdende 2 878 ml destillert vann, 2,44 g NaHCO₃, 4,18 g CaCl₂·2H₂O, 12,34 g Na₂SO₄, 31,64 g MgCl₂·6H₂O og 31,93 g NaCl.

176359

Fluidtapet og skalldannelsesinhiberingsegenskapene for eksemplene 1 og 4 og kontrolleksemplene 2, 3, 5, 6 og 7 er angitt i tabell 2 nedenfor. Fluidtapet bestemmes ved å anvende en "N.L. Baroid" lavtrykksfilterpresseapparat

5 ifølge fremgangsmåtene i API Forsøksfremgangsmåte RB 13B, §3. Skalldannelsesinhiberingen (G') bestemmes med et "Rheometrics" trykkreometer ("Rheometrics system 4") ifølge fremgangsmåtene angitt i en artikkel med tittelen "A New

10 Technique for the Evaluation of Shale Stability in the Presence of Polymeric Drilling Fluid" presentert ved den 60. årlige tekniske konferansen og utstillingen for The Society of Petroleum Engineers (22.-25. september, 1985) av C.F. Lu.

TABELL 2

15 Fluidtaps- og skalldannelsesinhiberingsegenskaper

Eksempel			Temp. Fluidtap, Skalldannelses-		
nr.	Slam	Vann	°C	ml/30 min.	inhib. ^a (G') dyn/cm ²
1	CM guar	ferskvann	rom	10,6	2,5x10 ⁷
			121	18,8	
2	Kontroll	"	rom	6	2,4x10 ⁷
			121		
3	Kontroll	"	rom	13	-
			121	31	
4	CM guar	sjøvann ^b	rom	10,8	2x10 ⁷
			121	13,8	
5	Kontroll	" b	rom	5,4	1,6x10 ⁷
			121	5,0	
6	Kontroll	" b	rom	14,7	1,4x10 ⁷
			121	184	
7	Kontroll	" b	rom	8,5	1,4x10 ⁷
			121	8,2	

a G' for en Gumbo skiferpellet neddykket i forsøksslammet ble benyttet for å forutsi skalldannelsesinhibering. Skalldannelsesinhiberingen øket med G'. G' ble målt ved 1 rad/sekund og belastning 0,5% ved romtemperatur.

b Sjøvann, 350 ml av en blanding inneholdende 2 878 ml destillert vann, 2,44 g NaHCO₃, 4,18 g CaCl₂·2H₂O, 12,34 g Na₂SO₄, 31,64 g MgCl₂·6H₂O og 71,93 g NaCl.

c CMC/xanthanslam inneholdende 1,85 kg/m³ xanthan og 4,85 kg/m³ "Drispac regular" CMC, 49,93 kg/m³ KCl og 71,33 kg/m³ "Rev Dust".

Data oppnådd ved hjelp av "Triaxial Tester" ved en strømningshastighet = 243,8 m/min. og et begrensende trykk = 17
5 237,5 kPa for eksemplene 1 og 4 og kontrolleksemplene 2, 3, 5
og 6 er angitt i tabell 3.

10

15

20

25

30

35

TABELL 3

Skalldannelsesinhiberingsegenskaper for slam

Innledende Gumboskifer, g Eksempel nr.	100 ^a 1	100 ^a 2	100 ^a 3	100 ^b 4	100 ^b 5	100 ^b 6
Kjernennummer	1	2	3	4	5	6
Kjernevektdata:						
Innledende, g	106,90	105,98	106,85	106,47	106,81	107,66
Etter forsøk, g	108,47	106,89	107,47	108,23	107,75	108,56
Etter tørking, g	97,47	96,67	98,52	97,34	98,32	97,83
Tid før svikt, minutter	596,0	944,7	55,0	ingen	256,0	58,42
Innledende fuktighet, (%)	6,9	5,98	6,58	6,47	6,81	7,66
% Erosjon (% erosjon/time)	9 (0,91)	9 (0,57)	8 (8,73)	9 (0,38)	8 (1,87)	9 (9,24)
% gjenværende prøve % vannabsorpsjon	91 1,5	91 0,9	92 0,6	91 1,7	92 0,9	91 0,8
Innledende diameter, cm	5,098	5,098	5,100	5,098	5,095	5,098
Endelig diameter, cm	5,065	5,034	5,059	5,062	5,067	5,047
Innledende lengde, cm	2,367	2,389	2,461	2,362	2,377	2,471
Endelig lengde, cm	2,367	2,370	2,441	2,357	2,352	2,446
Sammenbruddstype	gjenn- stoppet*	gjenn- stoppet*	gjenn- stoppet*	-	gjenn- stoppet*	gjenn- stoppet*
Plastisk viskositet	14 cps	19 cps	16 cps	16 cps	20 cps	16 cps
Flytgrense, kg/m ²	1,855	1,611	2,233	1,904	1,514	1,953

176359

* Indikerer hvor sammenbruddet overskred 1 034 kPa

a Ferskvann

5 b Kunstig sjøvann [42 g sjøsalt/1 liter destillert vann
(ASTM D-1141-1152)].

De stabiliserte borefluidpreparatene ifølge foreliggende
oppfinnelse er nyttige der hvor høytemperaturstabilitet er
10 ønskelig, så som ved boreanvendelser offshore. Temperatur-
stabiliteten for sjøvanns-borefluider ifølge eksempel 4 og
kontrolleksempel 6, både natriumkarbonat-stabiliserte og
ustabiliserte, etter varmvalsing i 16 timer er angitt i
tabell 4 nedenfor.

15

20

25

30

35

TABELL 4

Eksempel nr.	Na ₂ CO ₃ kg/m ³	Temp. °C	Høytemperaturfunksjon						Gelstyrke 10 sek. kg/m ²	Fluidtap, ml pr. 30 min.
			3 opm, cps	300 opm, cps	600 opm, cps	PV, cps	YP, kg/m ²			
4	0	rom	700	59	38	17	2,05	0,34	10,8	
4	0	121	<50	8	8	8	0	0	13,8	
4	14,27	rom	700	60	38	16	2,15	0,32	7,8	
4	14,27	121	400	53	35	17	1,76	0,19	8,4	
4	28,53	rom	650	61	40	19	2,05	0,34	8,4	
4	28,53	121	450	57	38	19	1,85	0,22	9,4	
6	0	rom	1300	63	39	15	2,34	0,63	14,7	
6	0	121	50	11	10,5	10	0,05	0,02	184,0	
6	28,53	rom	1200	67	42	17	2,44	0,54	9,0	
6	28,53	121	500	57	37	17	1,95	0,19	21,1	

a Sjøvannet inneholder ca. 10,84 kg/m³ MgCl₂·6H₂O (ekvivalent med ca. 5,14 kg/m³ MgCl₂).

Temperaturstabiliteten for ferskvann-borefluider ifølge eksempel 1, både stabiliserte og ustabiliserte er angitt i tabellene 5 og 6. Tabell 6 viser at stabiliteten for borefluidet ifølge foreliggende oppfinnelse forbedres ytterligere ved tilsatsen av et flerverdig metallsalt som ikke er karbonat.

10

15

20

25

30

35

TABELL 5

MgCl₂/Na₂CO₃-stabilisert ferskvannsslam ifølge eksempel 1

MgCl ₂ ·6H ₂ O ^a kg/m ³	Na ₂ CO ₃ , kg/m ³	Temperatur, °C	3 opm, cps	300 opm, cps	600 opm, cps	PV, cps	YP, kg/m ²	Gelstyrke, 10 sek. kg/m ²	Fluidtap, ml pr. 30 min.
0	0	rom	550	53	35	17	1,76	0,24	10,6
0	0	121	<50	10	10	10	0	0	18,8
0	19,97	rom	500	51	34	17	1,66	0,22	-
0	19,97	121	200	49	33	17	1,56	0,10	10,4
9,99	19,97	121	300	48	32	16	1,56	0,15	9,0
9,99	19,97	rom	500	51	33	15	1,76	0,22	-
0	28,53	rom	550	55	36	17	1,86	0,27	8,8
0	28,53	121	140	41	29	17	1,17	0,07	17,4
11,41	28,53	rom	500	54	35	16	1,86	0,24	8,8
11,41	28,53	121	280	47	32	17	1,46	0,14	9,1
a 11,4 kg/m ³ MgCl ₂ ·H ₂ O er ekvivalent med 5,42 kg/m ³ MgCl ₂ .									

TABELL 6

FeCl₃/Na₂CO₃, CaCl₂/Na₂CO₃ og AlCl₃/Na₂CO₃ stabilisert
ferskvannsslam ifølge eksempel 1

FeCl ₃ , kg/m ³	CaCl ₂ , kg/m ³	AlCl ₃ , kg/m ³	Na ₂ CO ₃ , kg/m ³	Temp., °C	3 opm, cps	300 opm, cps	600 opm, cps	PV, cps	YP, kg/m ²	Gelstyrke 10 sek., kg/m ²	Fluidtap, ml/30 min.
4,28	0	0	28,53	rom	1200	58	36	14	2,15	0,54	12
4,28	0	0	28,53	121	850	86	56	26	2,93	0,29	9,7
0	0	4,28	28,53	rom	350	53	35	17	1,76	0,15	7,0
0	0	4,28	28,53	121	200	48	33	18	1,46	0,07	10,6
0	4,85	0	28,53	rom	600	57	36	15	2,05	0,27	7,4
0	4,85	0	28,53	121	400	61	41	21	1,95	0,20	8,9
0	0	0	28,53	rom	550	55	36	17	1,86	0,27	8,8
0	0	0	28,53	121	140	41	29	17	1,17	0,07	17,4

Kalsiumtålbarheten for borefluidpreparatene ifølge eksempel 1 og kontrolleksempler 3 og 8 er angitt nedenfor i tabell 7.

5

10

15

20

25

30

35

TABELL 7

Kalsium-tålbarhetsegenskaper i 4% CaCl₂ oppløsning
ved romtemperatur (23°C)

Eksempel nr.	3 opm, cps	300 opm, cps	600 opm, cps	PV, cps	YP, kg/m ²	Gelstyrke, 10 sekunder, kg/m ²	Fluidtap, ml/30 minutter
8 ^a	50	3	3	3	0	0	29
3	1300	66	42	18	2,34	0,63	12
1	350	46	31	16	1,46	0,15	9,7

16

a Kontroll inneholdende 6,70 kg/m³ CMC med en D.S. på 0,98, 49,92 kg/m³ og 71,32 kg/m³ "Rev Dust".

176359

176359

17

KCl-ufølsomheten for borefluidpreparatene i eksemplene 4 og 9-12 ifølge foreliggende oppfinnelse er angitt i tabell 8.

5

10

15

20

25

30

35

TABELL 8

KCl-ufølsomhet i saltvann

Eksempel nr.	CM guar ^a kg/m ³	KCl, ³ kg/m ³	"Rev Dust" kg/m ³	3 opm, cps	300 opm, cps	600 opm, cps	PV, cps	YP, kg/m ²	10 sek., kg/m ²	Gelstyrke	
										10 min., kg/m ²	Fluidtap, ml/30 min.
4	6,70	49,92	71,33	600	54	35	16	1,86	0,29	0,32	10
9	6,70	99,86	71,33	550	51	33	15	1,76	0,29	0,24	8,3
10	6,70	149,78	71,33	550	51	33	15	1,76	0,24	0,24	10
11	6,70	199,7	71,33	550	50	33	16	1,66	0,22	0,24	9,5
12	6,70	0	71,33	700	58	38	18	1,95	0,34	0,34	9,3

a CM guar med D.S.-verdi ca. 0,36

Gelstyrken er en parameter som benyttes for å forutsi borefluidets evne til å føre borkaks. Denne egenskapen og andre virkningsegenskaper for borefluidpreparatene ifølge eksemplene 1 og 4 og kontrolleksemplene 13 og 14 er angitt i tabell 9.

10

15

20

25

30

35

TABELL 9

Virkningssegenskaper for CM guar og CM guar/xantanslam

Eksempel nr.	CM guar kg/m ³	Vann	Xan- tan, kg/m ³	KCl, kg/m ³	"Rev Dust", kg/m ³	3 cps	300 cps	600 cps	PV, YP, cps	Gelstyrke kg/m ²	10 min., kg/m ²	Fluid- tap, ml/ 30 min.	Skifer- inhibe- (G') dyn/ cm ²
4	6,70	Sjøvann ^b	0	49,93	71,33	700	59	38	17	2,05	0,34	10,8	2x10 ⁷
13	4,85	Sjøvann ^b	1,85	49,93	71,33	1000	52	33	14	1,86	0,49	10,6	1,5x10 ⁷
1	6,70	Ferskvann	0	49,93	71,33	550	53	35	17	1,76	0,24	10,6	2,5x10 ⁷
14	4,85	Ferskvann	1,85	49,93	71,33	1000	52	33	14	1,86	0,54	11,2	2,7x10 ⁷

a G' for Gumbopelleten neddykket i forsøksslammet ble benyttet for å forutsi skiferinhiberingsegenskap-
er. G' ble målt ved 0,5% spenning og 1 rad/sek.

b Sjøvann, 350 ml fra en blanding inneholdende 2 878 ml destillert vann, 2,44 g NaHCO₃, 4,18 g CaCl₂·
2H₂O, 12,34 g Na₂SO₄, 31,64 g MgCl₂·6H₂O og 71,93 g NaCl.

Virkningen av konsentrasjonen av CM guaren i borefluidet på
reologien for de CM guar-baserte borefluidene ifølge eksempl-
5 ene 15-17 av oppfinnelsen er angitt i tabell 10 nedenfor.

10

15

20

25

30

35

TABELL 10

Virkning av konsentrasjon på reologi

Eksempel nr.	CM guar ^a kg/m ³	Vannfri MgCl ₂ kg/m ³	Na ₂ CO ₃ , kg/m ³	AV, cps	PV, cps	YP, kg/m ²	Gelstyrke, 10 sek./ 10 min., kg/m ²
15	3,57	3,03	12,47	13,5	8,0	0,54	1/1
16	4,28	3,64	14,98	17,5	9,0	0,83	2/2
17	5,71	4,85	19,97	27,0	13,0	1,32	3/3

a D.S. på 0,36 i 350 ml ferskvann.

Tålbarheten for CM guar-borefluidene ifølge eksemplene 16 og 18 av foreliggende oppfinnelse for omgivelser med høy ionestyrke er angitt i tabell 11 nedenfor.

TABELL 11

Egenskaper	<u>Ionetålbarhet</u>		<u>Eksempel 18^d</u>
	<u>Eksempel 16</u>		
	Ferskvann ^b	15% KCl ^c	Sjøvann ^e
AV, cps	12,5	16,5	15,5
PV, cps	9,0	9,0	10,0
YP, kg/m ²	0,83	0,73	0,54
Gelstyrke, 10 sek./10 min. kg/m ²	2/2	2/2	2/2
Fluidtap, ^a ml/30 min.	32	29	18

^a API forsøksfremgangsmåte RP 13 B, §3.

^b Ferskvann, 350 ml.

^c 350 ml 15% KCl oppløsning.

^d 4,28 kg/m³ karboksymetylguar av D.S. 0,36 og 10,70 kg/m³ Na₂CO₃.

^e Sjøvann, 350 ml av en blanding inneholdende 2 878 ml destillert vann, 2,44 g NaHCO₃, 4,18 g CaCl₂·2H₂O, 12,34 g Na₂SO₄, 31,64 g MgCl₂·H₂O og 71,93 g NaCl.

Høytemperaturvirkninger etter varmvalsing (H.R. - hot rolling) i 16 timer av borefluidene fra eksemplene 16 og 18 ifølge foreliggende oppfinnelse er angitt i tabell 12 nedenfor.

TABELL 12

Egenskaper	Eksempel 16				Eksempel 18		
	Ferskvann, ml		15% KCl		Ferskvann, ml		
	121°C	135°C	121°C	135°C	121°C	135°C	
AV, cps	15,0	8,0	15,25	14,5	16,0	13,4	
PV, cps	9,0	7,0	10,0	10,0	10,0	10,0	
YP, kg/m ²	0,59	0,10	0,51	0,44	0,59	0,34	
Gelstyrke, 10 sek./10 min, kg/m ²	0/0	0/0	1/1	1/1	1,0/1,5	0,5/0,5	
Fluidtap, ml/ 30 min.	30,6	158	21,8	51,1	28,0	27,0	

"Fann 50C" viskosimeterresultatene er bestemt ved oppvarme hvert preparat langsomt fra romtemperatur (23°C). Ved forskjellige temperaturer foretas 600 og 300 opm avlesninger hvorfra den tilsynelatende viskositeten, den plastiske viskositeten og flytgrensen beregnes ved å anvende den Bingham-plastiske modellen. Hvert preparat avkjøles deretter tilbake til romtemperatur og 600 og 300 opm-verdiene måles ved de samme temperaturene hvor avlesningene ble foretatt under oppvarming. Fra disse resultatene kan man måle restitusjonen for hvert preparat ved avkjøling. "Fann 50C" dataene for borefluidene ifølge eksemplene 16 og 18 av foreliggende oppfinnelse er angitt i tabell 13 nedenfor.

TABELL 13

<u>"Fann 50C" reologi</u>				
Eksempel nr.	Temperatur, °C	AV, cps	PV, cps	YP, kg/m ²
16 (Ferskvann, 350 ml)	29,4	16,0	10,4	0,54
	65,5	11,6	7,0	0,44
	121,1	7,2	4,8	0,23
	148,9	5,4	3,7	0,17
	121,1	6,2	4,3	0,18
65,5	10,1	7,5	0,25	
29,4	14,4	9,5	0,53	
16 (15% KCl, 350 ml)	29,4	15,8	10,4	0,52
	65,5	11,7	7,4	0,42
	121,1	7,2	5,2	0,19
	148,9	5,7	3,7	0,19
	121,1	6,3	4,7	0,15
	65,5	10,2	7,4	0,27
	29,4	13,9	9,0	0,48
18 (Sjøvann ^a , 350 ml)	29,4	14,7	10,4	0,42
	65,5	10,8	6,9	0,38
	121,1	6,7	4,5	0,21
	148,9	5,3	3,9	0,14
	121,1	6,6	5,3	0,12
	65,5	10,8	7,0	0,37
	29,4	15,7	10,1	0,54

a Sjøvann, 350 ml, av en blanding inneholdende 2 878 ml
destillert vann, 2,44 g NaHCO_3 , 4,18 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 12,34 g
5 Na_2SO_4 , 31,64 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ og 71,93 g NaCl .

Dataene i tabell 13 viser god gjenvinning av egenskaper ved
avkjøling etter oppvarming til 148°C .

10 Tålbarheten for borefluidene ifølge eksemplene 16 og 18 av
foreliggende oppfinnelse overfor "Bonney Field Gumbo" (BFG)
skifer er angitt i tabell 14 nedenfor.

15

20

25

30

35

TABELL 14

Titrering med Bonney Field Gumbo (BFG)

Egenskaper	Eksempel 16					Eksempel 18					
	0	57,06 kg/m ³ BFG	114,12 kg/m ³ BFG	171,18 kg/m ³ BFG	228,24 kg/m ³ BFG	0	57,06 kg/m ³ BFG	114,12 kg/m ³ BFG	171,18 kg/m ³ BFG	228,24 kg/m ³ BFG	
AV, cps	17,5	17,5	22,0	26,25	32,0	14,0	18,0	20,0	24,5	29,5	
PV, cps	10,0	11,5	13,0	17,0	20,0	9,0	12,0	12,0	15,0	19,0	
YP, kg/m ²	0,73	0,78	0,88	0,90	1,17	0,49	0,59	0,78	0,93	1,03	
Gelstyrke, 10 sek./10 min., kg/m ²		2,5/2,0	2/2	3/2,5	3/3,5	4,5/8	1/1	2/2	2/2,5	3/4	4/9

a Skjarbelastet i 1 minutt i "Hamilton Beach" blander og deretter 30 minutter i "Multimixer". Skjarbe-
lastet i "Multimixer" ved hver tilsats av BFG.

Resultatene i tabell 14 viser at borefluidene ifølge foreliggende oppfinnelse har god tålbarhet for BFG-skifer opp til 228,24 kg/m².

Leirinhiberingen av borefluidene ifølge eksempel 18 ifølge foreliggende oppfinnelse og kontrolleksempel 19 ved romtemperatur og etter varmvalsing ved 121°C i 16 timer er angitt i tabell 15 nedenfor.

TABELL 15

Tilsats av 29,96 kg/m³ Bentonitt

	Kontrolleksempel 19 ^a		Eksempel 18 ^b	
	Rom- temperatur ^c	Varmvalset ved 121°C i 16 timer	Rom- temperatur	Varmvalset ved 121°C i 16 timer
AV, cps	20,0	30,0	17,5	21,0
PV, cps	4,0	4,0	11,0	16,0
YP, kg/m ²	1,51	1,54	0,63	0,49
Gelstyrke, 10 sek./10 min.				
kg/m ²	20/24	46/38	2/3,5	0/0
Fluidtap, ml/30 min.	-	40,0 ml	-	11,0

a Vannfritt MgCl₂ 3,64 kg/m³; Na₂CO₃ 14,98 kg/m³; bentonitt 29,96 kg/m³; og ferskvann 350 ml.

b Sjøvann, 350 ml av en blanding inneholdende 2 878 ml destillert vann, 2,44 g NaHCO₃, 4,18 g CaCl₂·2H₂O, 12,34 Na₂SO₄, 31,64 g MgCl₂·6H₂O og 71,93 g NaCl.

c Romtemperatur = 23°C

Følgelig tilveiebringer foreliggende oppfinnelse borefluid-
preparater som tåler kalsium og omgivelser med høy ionestyrke
5 ved forhøyede temperaturer fra 93,3°C til 135°C, de har gode
reologiske og fluidtapsegenskaper og viser utmerket leire- og
skiferinhibering, men flokkulerer eller gelerer ikke leiren
eller de aktive borefaststoffene.

10

15

20

25

30

35

P a t e n t k r a v

- 5 1.
Borefluidpreparat, k a r a k t e r i s e r t v e d at det
i det vesentlige består av (a) et vandig medium valgt fra
gruppen bestående av ferskvann og ledningsvann, naturlig og
syntetisk sjøvann, og naturlig og syntetisk saltvannsopp-
10 løsnings; og (b) en karboksymetylguar som har en D.S.-verdi på
fra 0,1 til 0,4, hvori karboksymetylguaren har en Ubbelohde
redusert spesifikk viskositet i 2 vekt-% KCl på større enn
10.
- 15 2.
Preparat ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d
at karboksymetylguaren har en D.S.-verdi på fra 0,25 til 0,4.
3.
20 Preparat ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d
at karboksymetylguaren har en D.S.-verdi på fra 0,25 til
0,36.
4.
25 Preparat ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d
at karboksymetylguaren er tilstede i en mengde på fra 0,5 ppb
til 3,0 ppb.
5.
30 Borefluidpreparat ifølge et av kravene 1 til 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at det i det vesentlige består av (a)
en vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann
eller ledningsvann, naturlig og syntetisk sjøvann, og
naturlig og syntetisk saltvannsoppløsning; (b) en karbok-
35 symetylguar som har en D.S.-verdi på fra 0,1 til 0,4; og (c)
fra 1 ppb til 20 ppb av et metallsalt valgt fra gruppen
bestående av vannoppløselige metallkarbonater og -bikar-
bonater.

6.

Borefluidpreparat ifølge et av kravene 1 til 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at det i det vesentlige består av (a) et vandig medium valgt fra gruppen bestående av ferskvann og ledningsvann; (b) en karboksymetylguar som har en D.S.-verdi på fra 0,1 til 0,4; (c) fra 1 ppb til 20 ppb av et metallsalt valgt fra gruppen bestående av vannoppløselige metallkarbonater og -bikarbonater; og (d) fra 1 ppb til 20 ppb av et flerverdig metallsalt som ikke er et karbonat.

7.

Preparat ifølge krav 5 eller 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at metallsaltet er valgt fra gruppen bestående av kaliumkarbonat, natriumkarbonat, kaliumbikarbonat og natriumbikarbonat.

8.

Preparat ifølge krav 6 eller 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at det flerverdige metallsaltet som ikke er et karbonat er valgt fra gruppen bestående av klorid- og bromidsalter av magnesium, kalsium, aluminium og jern.

9.

Preparat ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at karboksymetylguaren har en Ubbelohde redusert spesifikk viskositet i 2 vekt-% KCl på større enn 20 til 26.

10.

Preparat ifølge et hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at det har en tilsynelatende viskositet på 10-30 cps, plastisk viskositet på 5-20 cps, flytgrense på 0,49-1,46 kg/m², 10 sekunders gelstyrke på 0,24-0,98 kg/m², 10 minutters gelstyrke på 0,49-1,46 kg/m² og fluidtap på mindre enn 15 ml/30 minutter.