

ICS 75.020
E 13
备案号：68870—2019

NB

中华人民共和国能源行业标准

NB/T 10121—2018

钻井液对页岩抑制性评价方法

Evaluating method of shale inhibition for drilling fluids

2018 — 12 — 25 发布

2019 — 05 — 01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 抑制分散率试验	1
3.1 试剂和仪器	1
3.2 测试程序	1
3.3 计算	2
4 岩屑回收提高率试验	2
4.1 试剂和仪器	2
4.2 测试程序	2
4.3 计算	3
5 相对抑制率试验	3
5.1 试剂和仪器	3
5.2 测试程序	3
5.3 计算	3
6 毛细管吸收时间 CST 值试验	4
6.1 试剂和仪器	4
6.2 测试程序	4
6.3 结果处理	4
7 内聚力表征试验	5
7.1 试剂和仪器	5
7.2 测试程序	5
7.3 计算	5
8 浸泡试验	5
8.1 试验仪器	5
8.2 试验步骤	6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。
请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由能源行业页岩气标准化技术委员会提出并归口。

本标准主要起草单位：中石化胜利石油工程有限公司钻井工艺研究院、中石油塔里木油田油气工程研究院、中石油川庆钻探工程有限公司钻井液技术服务公司、中石油川庆钻探工程有限公司页岩气勘探开发项目经理部。

本标准主要起草人：王俊涛、李家学、经淑惠、王传富、李公让、朱金智、张敬辉、李萌、陈健、夏晔、周晓蕾、李卉、李茂森、彭碧强、任玲玲、李轩。

钻井液对页岩抑制性评价方法

1 范围

本标准规定了抑制分散率试验、岩屑回收提高率试验、相对抑制率试验、毛细管吸收时间 CST 值试验、内聚力表征试验、浸泡试验等方法。

本标准适用于页岩气领域钻井液对页岩抑制效果的评价，其他行业可参考执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16783.1 石油天然气工业 钻井液现场测试 第1部分：水基钻井液

SY/T 5490 钻井液试验用土

SY/T 5613 钻井液测试 泥页岩理化性能试验方法

3 抑制分散率试验

3.1 试剂和仪器

3.1.1 钻井液膨胀试验用膨润土：符合 SY/T 5490 要求。

3.1.2 去离子水或蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水要求。

3.1.3 亚甲基蓝溶液：符合 GB/T 16783.1 的规定。

3.1.4 变频高速搅拌机：负载转速 $11000\text{r/min} \pm 300\text{r/min}$ ，带搅拌杯。

3.1.5 计时器：精度 0.1s。

3.1.6 天平：感量 0.01g。

3.1.7 温度计：分度值 0.5°C 。

3.1.8 滚子加热炉：温度 $80^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ，带老化罐。

3.1.9 直读式黏度计：符合 GB/T 16783.1 的规定。

3.1.10 量筒：500mL，分度值 10mL。

3.2 测试程序

3.2.1 用 500mL 量筒量取 500mL 去离子水放入搅拌杯中，在高速搅拌状态（负载转速为 $11000\text{r/min} \pm 300\text{r/min}$ ）下加入 3%（质量体积比）膨胀试验用膨润土（称准至 0.10g），搅拌 20min，期间刮下黏在杯壁和搅拌器上的试验用土，将配制好的土浆放入老化罐中，盖紧，在 $80^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 温度下热滚 16h，取出老化罐，自然冷却至室温。按 GB/T 16783.1 的规定测定 600r/min 读值、亚甲基蓝容量。

3.2.2 按上述步骤测定 6%、9% 膨胀试验用膨润土浆的 600r/min 读值、亚甲基蓝容量，以 600r/min 读值为 Y 轴，亚甲基蓝容量为 X 轴绘制趋势图。

3.2.3 按照 GB/T 16783.1 的规定测定钻井液的亚甲基蓝容量，并在趋势图上找到对应 600r/min 值，记为 $\phi 600_0$ 。

3.2.4 以 3.2.1 测得亚甲基蓝容量值为基准值，从趋势图上查找增加基准值后对应的 600r/min 值，记为 $\phi 600'_0$ 。

3.2.5 用 500mL 量筒量取 350mL 钻井液两份分别放入搅拌杯中，取其中一份在高速搅拌状态（转速为 11000r/min \pm 300r/min）下加入 10.50g 膨胀试验用膨润土（称准至 0.10g），搅拌 20min，期间刮下黏在杯壁和搅拌器上的膨胀试验用膨润土。

3.2.6 将两份钻井液分别放入老化罐中，盖紧。在 80℃ \pm 3℃ 温度下热滚 16h，取出老化罐，自然冷却至室温。打开老化罐，将钻井液转入高搅杯中，高速搅拌 5min（负载转速 11000r/min \pm 300r/min），按 GB/T 16783.1 的规定分别测定 600r/min 时读值，记为 $\phi 600_1$ 、 $\phi 600_2$ 。至少平行试验 2 次。

3.3 计算

按公式（1）计算抑制分散率 R_D ：

$$R_D = \left(1 - \frac{\phi 600_2 - \phi 600_1}{\phi 600'_0 - \phi 600_0} \right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

R_D ——抑制分散率；

$\phi 600_0$ ——亚甲基蓝容量条件下 600r/min 读值；

$\phi 600'_0$ ——亚甲基蓝容量条件下增加 3% 膨胀试验用膨润土 600r/min 读值；

$\phi 600_1$ ——现场钻井液老化后 600r/min 读值；

$\phi 600_2$ ——加 3% 膨胀试验用膨润土的钻井液经老化后 600r/min 读值。

4 岩屑回收提高率试验

4.1 试剂和仪器

4.1.1 过氧化氢：分析纯，3% 水溶液。

4.1.2 去离子水或蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水要求。

4.1.3 标准筛：孔径 0.45mm、2.0mm、3.2mm。

4.1.4 量筒：500mL，分度值 10mL。

4.1.5 计时器类：精度 0.1s。

4.1.6 温度计：分度值 0.5℃。

4.1.7 鼓风干燥箱：控温 105℃ \pm 3℃。

4.1.8 天平：感量 0.01g。

4.1.9 滚子加热炉：温度 80℃ \pm 3℃，带老化罐。

4.1.10 干燥器：装有硫酸钙（化学纯）干燥剂或等效物。

4.2 测试程序

4.2.1 按 SY/T 5613 的规定测试页岩岩屑在去离子水中滚动 16h 后的回收质量，记为 $m_{\text{空白}}$ 。做 3 次平行测定，取平均值作为试验结果。

4.2.2 用现场钻井液替代去离子水，按 SY/T 5613 的规定测试页岩岩屑在钻井液中的回收质量，记为 m_1 。做 3 次平行测定，取平均值作为试验结果。

4.2.3 将 4.2.1 和 4.2.2 中一次回收的岩屑用去离子水按照 SY/T 5613 规定的步骤进行二次页岩回收试验，二次回收岩屑的质量分别记为 $m'_{\text{空白}}$ 、 m'_1 。

4.3 计算

分别按公式 (2)、公式 (3) 计算岩屑回收提高率 P_1 、二次岩屑回收提高率 P_2 ：

$$P_1 = \frac{m_1 - m_{\text{空白}}}{50} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$P_2 = \frac{m'_1 - m'_{\text{空白}}}{50} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

P_1 ——岩屑回收提高率；

P_2 ——二次岩屑回收提高率；

m_1 ——在钻井液中滚动后回收岩屑的质量，单位为克 (g)；

m'_1 ——在钻井液中和去离子水中二次滚动后回收岩屑的质量，单位为克 (g)；

$m_{\text{空白}}$ ——在去离子水中首次滚动回收岩屑的质量，单位为克 (g)；

$m'_{\text{空白}}$ ——在去离子水中二次滚动回收岩屑的质量，单位为克 (g)。

5 相对抑制率试验

5.1 试剂和仪器

5.1.1 去离子水或蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水要求。

5.1.2 钻井液膨胀试验用膨润土：符合 SY/T 5490 要求。

5.1.3 量筒：10mL，分度值 0.5mL。

5.1.4 计时器：精度 0.1s。

5.1.5 游标卡尺：分度值 0.001mm。

5.1.6 天平：感量 0.01g。

5.1.7 变频高速搅拌机：负载转速 11000r/min ± 300r/min，带搅拌杯。

5.1.8 低温低压 (API) 滤失试验仪：符合 GB/T 16783.1 要求。

5.1.9 电热鼓风干燥箱：控温 105℃ ± 3℃。

5.1.10 页岩膨胀仪：NP-01 型或同类，含压力机等所需配件。

5.2 测试程序

5.2.1 按 GB/T 16783.1 的规定进行钻井液的低温低压滤失量测试，收集 20mL 滤液。

5.2.2 按 SY/T 5613 的规定在页岩膨胀仪的双轴上同时测试人工岩心在去离子水中和滤液中的 1h、4h、8h、16h 膨胀量，分别记为对应时间的膨胀量 H_1 、 H_2 。应平行试验两次，分别计算相对膨胀率，取平均值作为试验结果。

5.3 计算

按公式 (4) 计算相对抑制率 R_H ：

$$R_H = \frac{H_1 - H_2}{H_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

R_H ——岩心相对抑制率；

H_1 ——在去离子水中的岩心膨胀量，单位为毫米（mm）；

H_2 ——在滤液中的岩心膨胀量，单位为毫米（mm）。

6 毛细管吸收时间 CST 值试验

6.1 试剂和仪器

6.1.1 过氧化氢：分析纯，3% 水溶液。

6.1.2 去离子水或蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水要求。

6.1.3 鼓风干燥箱：控温 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 。

6.1.4 标准筛：孔径 110 目。

6.1.5 烧杯：100mL。

6.1.6 计时器：精度 0.1s。

6.1.7 天平：感量 0.01g。

6.1.8 量筒：10mL、100mL 各 1 只，分度值 0.5mL、10mL。

6.1.9 注射器：5mL，分度值 0.5mL。

6.1.10 CST 测试仪。

6.2 测试程序

6.2.1 按 SY/T 5613 的规定收集、制备页岩岩屑，用粉碎机研磨，将试样过孔径 110 目的标准筛后，装入广口瓶备用。

6.2.2 按 GB/T 16783.1 的规定进行钻井液的低温低压滤失量测试，收集滤液 50mL。

6.2.3 将滤纸放在 CST 仪测试板底面上，将上板扣在下板的固定螺丝上，将圆柱试浆容器放入仪器。

6.2.4 称取 7.5g 岩屑放入装有 50mL 滤液的 100mL 烧杯中，用磁力搅拌器搅拌 20s 后，用注射器（5mL）取出 3mL 浆液并压入 CST 圆柱试浆容器中，测岩屑在滤液中水化分散 20s 的 CST 值。

6.2.5 按 6.2.3、6.2.4 步骤对同一样品分别测定 60s、120s 的 CST 值。

6.2.5 在绘制 CST 值与剪切时间 X （20s、60s、120s）的关系曲线，两者为线性关系。

6.3 结果处理

按照公式（5）回归斜率 m ，即表征页岩水化分散性， m 越大，水化分散的趋势越大。

$$Y = mX + b \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

Y ——滤液在滤纸上运移 5mm 所用的时间，即为 CST 值；

m ——页岩在溶液中的分散速率；

X ——剪切时间；

b ——瞬时形成的胶体颗粒数目。

7 内聚力表征试验

7.1 试剂和仪器

7.1.1 三轴应力实验仪：轴向最大载荷 500kN 及以上，围压 50MPa 以上。

7.1.2 游标卡尺：分度值 0.001mm。

7.1.3 塑封管。

7.2 测试程序

7.2.1 岩心制备：在同一块现场岩心或露头上钻取直径 25mm 的圆柱形试样 6 个及以上，将圆柱形试样的两端车平、磨光，使用游标卡尺测量试样长度，使岩样的长径比为 2:1，两端基面偏差 ≤ 2.5%。

7.2.2 试样浸泡：取 1000mL 烧杯一个，注入 500mL 测试用钻井液，取 3 个及以上试样，常温下 (25℃ ± 3℃) 浸泡在钻井液中，浸泡 48h 后，取出试样，塑封。

7.2.3 试样测试：分别取未浸泡钻井液的和浸泡钻井液后的试样（各不少于 3 个），放入三轴应力实验仪器中，依次控制围压为 0MPa、10MPa、20MPa、30MPa、40MPa、50MPa 等进行破坏实验，记录试验破坏时所加的轴压和围压。

7.3 计算

分别将 7.2.3 测试中未浸泡和浸泡钻井液后试样破坏时轴压、围压组合带入计算公式 (6) 中，回归计算出未浸泡和浸泡钻井液后试样的内聚力。

$$\alpha_i = \beta_i \operatorname{ctg}^2 \left(45^\circ - \frac{\phi}{2} \right) + 2C \operatorname{ctg} \left(45^\circ - \frac{\phi}{2} \right) \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

C ——内聚力，单位为兆帕 (MPa)；

ϕ ——内摩擦角，单位为度 (°)；

α_i ——第 i 个试样破坏时的轴压，单位为兆帕 (MPa)；

β_i ——第 i 个试样破坏时的围压，单位为兆帕 (MPa)。

通过公式 (7) 计算钻井液体系的抑制率 ψ ：

$$\psi = \frac{C}{C_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ψ ——抑制率；

C_0 ——未受钻井流体浸泡岩石内聚力，单位为兆帕 (MPa)；

C ——钻井流体浸泡后岩石内聚力，单位为兆帕 (MPa)。

8 浸泡试验

8.1 试验仪器

8.1.1 显微镜：具有拍照功能，最大放大倍数 200 倍以上。

8.1.2 低温低压 (API) 滤失试验仪：符合 GB/T 16783.1 要求。

8.1.3 量筒：10mL，分度值 0.5mL。

8.1.4 游标卡尺：分度值 0.001mm。

8.2 试验步骤

8.2.1 按 GB/T 16783.1 的规定进行现场钻井液的低温低压滤失量测试，收集 20mL 滤液。

8.2.2 调试显微镜并将照相机安装在显微镜接口上，接好快门线。

8.2.3 取出制备好的岩心或岩屑（大于 1cm）放在培养皿中，观察其外观特征和有裂缝发育，并选择明显的裂缝，调好焦距，并固定好目镜、视镜、培养皿，对岩心或岩屑的初始状态拍照。

8.2.4 用滴管将 8.2.1 中收集的滤液沿培养皿壁滴入培养皿，避免触动培养皿。

8.2.5 每隔 1min 拍照记录一次裂缝变化情况，连续拍摄 15min 或者至页岩完全坍塌。

8.2.6 对比并记录照片岩心或岩屑裂缝的变化情况，描述裂缝变化情况，包括外观无变化、出现裂缝、裂缝明显加大、部分坍塌、完全坍塌等。

中华人民共和国
能源行业标准
钻井液对页岩抑制性评价方法
NB/T 10121—2018

*

石油工业出版社出版
(北京安定门外安华里二区一号楼)
北京中石油彩色印刷有限责任公司排版印刷
新华书店北京发行所发行

*

880×1230 毫米 16 开本 0.75 印张 19 千字 印 1—500
2019 年 5 月北京第 1 版 2019 年 5 月北京第 1 次印刷
书号 : 155021 • 7949 定价 : 20.00 元

版权专有 不得翻印