



中国地质大学(武汉)实验教学系列教材
中国地质大学(武汉)实验技术研究项目资助

钻井液与岩土工程浆液 实验原理与方法

ZUANJINGYE YU YANTU GONGCHENG JIANGYE SHIYAN YUANLI YU FANGFA

乌效鸣
胡郁乐
童红梅
邱玲玲
蔡记华
邵明利
陈 劲

◎ 编 著



中国地质大学出版社
ZHONGGUO DIZHI DAXUE CHUBANSHE

中国地质大学(武汉)实验教学系列教材
中国地质大学(武汉)实验技术研究项目资助

钻井液与岩土工程浆液 实验原理与方法

乌效鸣 胡郁乐 童红梅
邱玲玲 蔡记华 邵明利 陈 劲 编著



中国地质大学出版社
ZHONGGUO DIZHI DAXUE CHUBANSHE

图书在版编目(CIP)数据

钻井液与岩土工程浆液实验原理与方法/乌效鸣,胡郁乐,童红梅,邱玲玲,蔡记华,邵明利,陈劲编著. —武汉:中国地质大学出版社,2010.12

ISBN 978-7-5625-2435-9

I. ①钻…

II. ①乌…②胡…③童…④邱…⑤蔡…⑥邵…⑦陈…

III. ①钻井液-实验②岩土工程-灌浆加固-实验

IV. ①TE254-33②TU753.8-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 183316 号

钻井液与岩土工程浆液实验原理与方法

乌效鸣 胡郁乐 童红梅 编著
邱玲玲 蔡记华 邵明利 陈劲

责任编辑:徐润英

责任校对:戴莹

出版发行:中国地质大学出版社(武汉市洪山区鲁磨路 388 号)

邮政编码:430074

电 话:(027)67883511

传真:67883580

E-mail:cbb@cug.edu.cn

经 销:全国新华书店

<http://www.cugp.cn>

开本:787 毫米×1092 毫米 1/16

字数:330 千字 印张:12.875

版次:2010 年 12 月第 1 版

印次:2010 年 12 月第 1 次印刷

印刷:武汉中远印务有限公司

印数:1—2 000 册

ISBN 978-7-5625-2435-9

定价:25.00 元

如有印装质量问题请与印刷厂联系调换

前 言

钻井液与岩土工程浆液作为钻探工程和岩土工程的必需条件,在地质找矿勘探、石油天然气钻井、基础勘察与施工、地质灾害治理和地球科学钻探等领域有着广泛的用途。科学、合理、有效地应用钻井液与岩土工程浆液技术,对安全、优质、高效地实施钻探工程和岩土工程将起到重要作用。

实验工作在钻井液与岩土工程浆液技术中占有举足轻重的地位,是浆材理论与工程实际密切联系的纽带。掌握好钻井液与岩土工程浆液实验原理与方法是现场优选配浆从而解决工程问题的关键,也是创新开发更为有效浆材不可或缺的手段。

本书在阐述钻井液基本性能测试、钻井液基本处理剂实验和粘土造浆能力评价实验的基础上,介绍了钻井液润滑减阻、悬碴能力、抗温抗侵和储层保护方面的实验,进一步对气体型钻井介质的实验原理与方法给予了介绍。本书还就钻探护壁堵漏、封孔和固井水泥、化学灌浆固结液、注浆液和灌注砼的实验作了阐述,同时介绍了井壁稳定和堵漏的实验原理与方法。本书可作为地质工程、钻井工程、勘查工程等专业本科生或研究生的教学参考书,也可对相关工程技术人员在从事钻井液与岩土工程浆液技术工作时提供帮助和启发。

全书由乌效鸣教授和胡郁乐副教授主编。研究生童红梅编写第六章和第十一章;研究生邵明利编写第五章第三、四节,第九章;研究生邱玲玲编写第二章第一、三、四、五、六节和第四章,蔡记华副教授编写第二章第七节,第十章一、二节;乌效鸣教授编写第一章第一、四节,第二章第二节,第三章,第五章第五、六节和第十章第三、四节;胡郁乐副教授编写第一章第二、三节和第七、八章。另外,陈劲高级工程师,研究生范运林、符碧犀、石鹏飞、魏宏超、泮伟、王虎、向阳、刘鸿燕、贺仁钧、罗艳珍、陶扬、张恒春、罗光强等均在本书的编写过程中提供了一定的帮助。本书在编写中肯定存在不足和错误之处,敬请读者给予批评指正,此致感谢。

编著者

2010年5月于中国武汉

目 录

第一章 概 述.....	(1)
第一节 引 言.....	(1)
第二节 钻井液与岩土工程浆材分类.....	(3)
第三节 实验设计方法.....	(6)
第四节 基本准则与相关配置	(12)
第二章 钻井液基本性能及测试	(16)
第一节 密度及其测试	(16)
第二节 钻井液流变性	(23)
第三节 失水造壁性	(31)
第四节 胶体率	(35)
第五节 含砂量与固相含量	(35)
第六节 钻井液 pH 值测定	(38)
第七节 钻井液水质分析	(40)
第三章 钻井液基本处理剂实验	(49)
第一节 基浆土的纯碱钠化分散	(49)
第二节 烧碱提高泥浆 pH 值和切力及水解实验	(50)
第三节 有机大分子聚合物增粘实验	(51)
第四节 降失水剂实验	(54)
第五节 稀释剂的降切实验	(58)
第六节 加重泥浆的配制	(59)
第四章 粘土造浆能力实验评价	(62)
第一节 主要矿物成分鉴定	(62)
第二节 化学组分测定	(64)
第三节 粒度分布测定	(67)
第四节 蒙脱石含量测定	(70)

第五节	阳离子交换容量测定	(74)
第六节	膨胀容测定	(76)
第七节	造浆率测定	(76)
第五章	钻井液扩展性能实验	(79)
第一节	泥浆润滑性与泥饼粘附性实验	(79)
第二节	钻井液解卡性能评价	(83)
第三节	剪切稀释实验	(86)
第四节	钻井液循环的水力特性实验	(87)
第五节	悬碴能力实验	(89)
第六节	钻井乳状液实验设计方法	(90)
第六章	钻井液对储层影响的测试	(96)
第一节	储层敏感性的测定	(96)
第二节	岩心的钻井液污染实验	(103)
第三节	岩心渗透率恢复实验	(109)
第四节	油基钻井液保护储层实验	(112)
第七章	水泥浆基本性能实验	(118)
第一节	水泥的分类及用途	(118)
第二节	水泥性能的外加剂调控实验	(120)
第三节	水泥浆稠度/流动度的测定	(122)
第四节	水泥浆凝结时间的测定	(125)
第五节	水泥固结强度的测定	(127)
第六节	水泥浆基本性能 API 测试方法	(129)
第八章	注浆液和灌注砼应用设计及实验	(136)
第一节	注浆液设计基础	(136)
第二节	注浆液实验	(139)
第三节	化学浆液设计与实验	(141)
第四节	灌注混凝土实验方法	(147)
第九章	井壁稳定与堵漏实验	(153)
第一节	复杂地层的分类及其特征	(153)
第二节	浸泡实验	(154)
第三节	泥页岩膨胀分散性测试	(156)

第四节	钻井液抑制性测试·····	(158)
第五节	堵漏方法设计基础·····	(164)
第六节	堵漏实验·····	(167)
第十章	气体型钻井介质实验·····	(173)
第一节	发泡、稳泡与消泡实验·····	(173)
第二节	钻井泡沫密度测试·····	(180)
第三节	钻井泡沫粘度测试·····	(181)
第四节	表面张力实验·····	(181)
第十一章	钻井液抗温、抗侵性能实验·····	(183)
第一节	高温失水量与高温流变性测试·····	(183)
第二节	抗温钻井液的配制与对比实验·····	(188)
第三节	钻井液的抗侵实验·····	(190)
附图 ·····		(195)
参考文献 ·····		(197)

第一章 概 述

第一节 引 言

钻井液与岩土工程浆液作为必需的施工材料广泛地应用于钻探(井)工程和岩土工程之中。钻井液是钻探(井)工程的“血液”,在钻探(井)中起到排除岩屑、平衡地层压力、护壁堵漏、冷却钻头、润滑钻具、提供孔(井)底动力、水力破碎岩石、提供孔(井)底信息、实现反循环连续取心钻进等重要功用;岩土工程浆液则是基础工程施工和地基处理中的主打材料,如在灌注桩、帷幕注浆、高压旋喷、地基处理、锚杆和土钉墙等施工中,起到填充加固、提高构筑物强度和防渗能力等主要作用;钻井固井、钻探护壁堵漏、封孔则依靠多种类型的可灌注的固结型浆材。

与化学材料技术、流体力学、地层岩性分析、钻进工艺等相结合,钻井液与岩土工程浆液是一门实验性很强的学科。各种浆材配方的理化性能及其适应于工程的效果在很大程度上需要通过实验测试来得到评价;支撑和发展本门技术的理论方法与计算模型也离不开以实验所获得的数据作为根本依据。随着新材料、新仪器的不断涌现,钻井液与岩土工程浆液的新实验技术快速发展并不断完善。因此,较全面了解和掌握其实验原理与方法对本门技术的融会贯通有着重要作用。实验工作是本门学科的主要内涵之一。

回顾专业的发展历程,该类实验技术是紧密伴随着钻井液与岩土工程浆液的工程应用不断发展起来的。

钻井液的初步形成时期(1888—1928年),主要解决的问题:携带钻屑和控制地层压力。典型技术有:水+钻屑+地面土以及使用重晶石、铁矿粉加重技术。1914年以前,清水作为旋转钻井的洗井介质,1916年开始使用“泥浆”,1926年开始使用膨润土作为悬浮剂。

钻井液的快速发展时期(1928—1948年),典型的细分散泥浆阶段,主要解决的问题:泥浆性能的稳定和井壁稳定。典型技术:开始应用膨润土、丹宁酸钠(1930年)、烧碱、褐煤等处理剂。1931—1937年研制出较简易的泥浆比重和漏斗粘度等测量仪器,1944—1945年研制出Na-CMC(钠羧甲基纤维素)降滤失剂。

钻井液的高速发展时期(1948—1965年),为粗分散泥浆阶段,主要解决的问题:石膏、盐污染、温度影响。典型技术:各种盐水、钙处理泥浆,油基泥浆,堵漏材料。处理剂品种多样化,达16大类。1955年,FCLS(铁铬木质素磺酸盐)作为稀释剂,开始应用于钻井液中。从60年代开始,石灰钻井液、石膏钻井液和氯化钙钻井液等粗分散体系开始广泛使用。该期发展出旋转粘度计、常压失水量仪、标准比重秤、含砂量仪、pH值仪等较全面的泥浆性能测试仪器。

钻井液的科学化发展时期(1965年至今),为聚合物+优质土+特殊处理剂钻井液阶段,主要解决的问题:快速钻井,超深钻井,保护油气层等。典型技术:不分散低固相钻井液,气体型介质钻进,保护油气层的完井液等。在此期间,油基钻井液也有了进一步的发展,在50年代

以柴油作为基油的油基钻井液基础上,70年代发展了低胶质油包水乳化钻井液,80年代发展了低毒油包水乳化钻井液。在抗高温深井钻井液方面,研制出了三磺处理剂(国内)、以 Resin-ex 为代表的抗高温处理剂(国外),使深井钻井液技术取得了很大进展。90年代以来,钻井液技术的发展主要体现在以下几个方面:①聚合物、聚磺钻井液进一步发展(两性离子、阳离子聚合物等);②MMH 钻井液;③合成基钻井液;④聚合醇钻井液;⑤甲酸盐(有机)钻井液;⑥仿油基钻井液(MEG 等);⑦硅酸盐钻井液;⑧气体型钻井流体。该期新研发出高温高压流变性、动失水、膨胀量、堵漏仪、泥浆粒度分析、热辊子炉、岩心渗透率、泡沫性能测试等高级的钻井液测试仪器。同时,借助于先进的矿物鉴定、化学分析、显微观测等手段来更深入、更准确地测定钻井液性能。

在钻孔护壁堵漏方面,早在 2000 多年前,我们的先人已将桐油与石灰拌合来对盐矿凿井的松垮井壁进行粘固。20 世纪五六十年代,我国地质勘探钻孔已开始采用水泥灌注技术来固结、封堵松散漏失孔段。至七八十年代,又出现脲醛树脂、丙凝、甲凝、木铵、铬木素等化学浆液护壁堵漏。近 20 年来,乙酸乙酯、甘油酯、甲酰胺、丁内脂等更新的化灌材料也开始在复杂地层钻探固壁中试验应用。

在 20 世纪初,石油钻井 1910 年已开始在 600~900m 的浅井中进行固井。随着发展与完善,现在已能较好地 7 000m 和上万米的深井中进行注水泥作业。根据国内外多年的研究和现场经验总结,固井注水泥的主要要求是:确保油井水泥系列及外加剂的性能参数,提高水泥浆的顶替效果,提高水泥石在不同环境下(高温、腐蚀水)的封固质量,减少或消除水泥浆对油、气层的损害,压稳地层防止油、气、水、浆窜出。

最早用于注浆的材料是石灰和粘土。1864 年开始使用水泥注浆,它们均是颗粒性材料,难于充填细小裂隙和充塞砂层,水泥浆液凝结时间长。1900 年荷兰采矿工程师尤斯登发明了水玻璃—氯化钙溶液,这是化学注浆的开始。20 世纪 50 年代,美国发明以丙烯酰胺为主剂的有机化学注浆材料 AM-9,其凝固时间可准确控制,这是发展注浆材料的重要飞跃。

我国于 1965 年前基本采用单液水泥注浆法。1964 年研制成功 MG-646 新型化学浆液,1967 年研制成功水泥—水玻璃双液注浆法。它同时具备水泥浆和化学浆液的优点(水泥浆的强度、水玻璃的渗透性),又使两者的短处减小到不妨碍使用的程度,是一种各得其所的浆液。注浆材料从 19 世纪初的原始材料开始到当今的有机高分子化合物浆液,前后经历了 170 多年的历史,发展了近百种浆液材料。各种浆液各有其特点及适用范围。虽然化学浆液较之水泥浆液更理想,扩大了注浆法应用范围,但无论国内或国外,化学浆液都比水泥浆液成本高、货源少。所以,现在水泥仍然是注浆的主要材料。

水泥浆的主要缺点是颗粒问题,因为颗粒大,难以注入细小裂隙和孔隙中。针对此问题,一方面可以减小水泥粒度,采用超细水泥,国外一般注浆用的水泥细度为 $5\,000\text{cm}^2/\text{g}$,有的达到 $10\,000\sim 27\,000\text{cm}^2/\text{g}$,使其能注入 $0.05\sim 0.09\text{mm}$ 的裂隙。另一方面可预先用化学浆液处理受注岩层,降低表面张力,提高润滑性,使水泥易于注入。使用的化学溶液有水玻璃、氢氧化钠等。

美国在水泥浆中加入一种高分子物质和某些金属盐作为添加剂,使水泥具有触变性,即在搅拌或泵注条件下具有流动性,而当停止搅拌或泵注一段时间后,浆液粘度大幅度增加,变成不流动。改进水泥性能,应致力于寻找新的水泥添加剂,研究出更好的水泥浆。英国 GEOSE-AL-Z 型水泥添加剂,使水泥具有速凝、不沉淀、不收缩的作用。水泥浆中加入这种添加剂,使浆液产生奶油状粘性,水泥颗粒保持悬浮,无水析出,固结体强度均匀,体积不收缩,保证饱

满地充填裂隙。

对于钻井和灌浆工程用的固结型浆材,从使用的目的效果和作业的流程环境来看,其实验方法主要是围绕流动期、凝结期和固化期这三个不同时间段的浆材性状进行测试和配方。这类实验仪器从早期的简易流动度、坍落度、凝结针入度和单轴抗压强度,到现今的高粘粘度计、精密维卡仪、抗压抗拉抗弯抗折综合强度仪、高温高压水泥稠化仪等,得到了较大的发展。

通过总结与归纳,针对钻井(探)与岩土工程对浆材功用及性能的要求,钻井液与岩土工程浆液的实验体系组成于配浆材料、测试仪器、实验程序 and 数据分析等四个部分。根据不同的实验目的,具体所采用的实验方法各有不同,大体上可划分为以下 7 个方面:

- (1)密度与粒度相关实验。
- (2)流变性实验。
- (3)渗滤和堵封实验。
- (4)强度与力学稳定性实验。
- (5)凝结与固化实验。
- (6)物质组分基础特性实验。
- (7)界面特性与润滑性实验。

为了与地下温度和压力情况更为符合,部分实验在温度、压力上进行了可控调节的设置,如高温高压流变仪、高温高压失水量仪、高温高压膨胀量仪和高温高压堵漏仪等;为了与钻进工艺条件更为符合,一些实验采用了部分相似于工程实物结构的模拟,如动失水仪、管状流动实验系统、地层井壁稳定性模拟装置等;为了与地下物质环境更为符合,有关实验是在人为加入不同离子形成一定矿化度条件下进行的,例如盐侵、粘土侵以及多项敏感性模拟等。

第二节 钻井液与岩土工程浆材分类

一、钻井液的分类

我国依据国情,1986 年标准化委员会把钻井液材料分为 16 类。泥浆处理剂按其功能分类如下:①降滤失剂;②增粘剂;③乳化剂;④页岩抑制剂;⑤堵漏剂;⑥降粘剂;⑦缓蚀剂;⑧粘土类;⑨润滑剂;⑩加重剂;⑪杀菌剂;⑫消泡剂;⑬发泡剂;⑭絮凝剂;⑮解卡剂;⑯其他类。

(1)粘土类。主要用来配置原浆,亦有增加粘度及切力、降低失水量的作用(保水作用),常用的有膨润土、抗盐土及有机土等。

(2)加重材料。主要用来提高钻井液的密度,以控制地层压力、防塌、防喷。

(3)降滤失剂。主要用来降低钻井液的滤失量。常用的有 CMC、预胶化淀粉、聚丙烯酸盐等(表 1-1)。

(4)增粘剂。主要用来促进钻井液中粘土颗粒网状结构的形成,增加胶凝强度以增加流阻。常用的有 CMC、高聚物(大分子)、预胶化淀粉等(表 1-2)。

(5)降粘剂。主要用来改善钻井液的流动性能,例如粘度(包括视粘度、塑性粘度等)及切力(动切力、静切力),以增加可泵性,减少摩阻力。常用的有单宁、各种磷酸盐及褐煤制品、木质素磺酸盐等(表 1-3)。

(6)堵漏剂。主要用来封堵漏失地带,以恢复钻井液的正常循环。常用的有各种惰性材料和化学堵漏剂。

表 1-1 降滤失剂的分类

降滤失剂类别	降滤失剂亚类	举 例
天然及天然改性聚合物	淀粉衍生物	羟甲基淀粉钠(钾)、预胶化淀粉、磺烷基淀粉、接枝改性淀粉
	纤维素衍生物	羧甲基纤维素 羟乙基纤维素、羟丙基纤维素 接枝改性纤维素
	腐植酸改性类	聚合腐植酸、磺甲基腐植酸
合成树脂	酚醛树脂类	磺甲基酚醛树脂、磺化酚脲树脂
	天然产物改性酚醛树脂类	磺化褐煤磺化酚醛树脂 磺化木质素磺化酚醛树脂 磺化栲胶磺化酚醛树脂
合成聚合物	聚丙烯酰胺类	水解聚丙烯酰胺钠(钾)盐 非水解聚丙烯酰胺
	聚丙烯腈水解物	水解聚丙烯腈钠(钾)盐 水解聚丙烯腈铵盐
	丙烯酰胺多元共聚物	阴离子丙烯酰胺/丙烯酸多元共聚物 阴离子丙烯酰胺/AMPS的多元共聚物 阳离子丙烯酰胺/DMDAAC的多元共聚物

表 1-2 增粘剂的分类

增粘剂类别	举 例
纤维素衍生改性聚合物	羧甲基纤维素钠 聚阴离子纤维素钠 羟乙基纤维素钠
合成聚合物	聚丙烯酰胺类 丙烯酰胺多元共聚物 无机聚合物
生物聚合物	黄原胶类

表 1-3 降粘剂的分类

降粘剂类别	降粘剂亚类	举 例
天然及天然改性聚合物	单宁类	磺化栲胶、磺甲基单宁酸钠
	木质素磺酸盐类	铁铬木质素磺酸盐
	腐植酸改性类	腐植酸钠(钾)、磺甲基腐植酸钠
合成聚合物	聚丙烯酸类	水解聚丙烯腈钠盐降解产物 低分子量聚丙烯酸钠
	烯类单体多元共聚物	阴离子丙烯酰胺/丙烯酸的多元共聚物 阴离子丙烯酰胺/AMPS的多元共聚物 乙酸乙烯酯/马来酸聚合物

(7)乳化剂和润滑剂。乳化剂主要用来把两种不相溶液体形成较均匀的混合液。常用的有改性木质素磺酸盐、某些表面活性剂;润滑剂主要用来降低摩阻系数,减少扭矩、增加钻头的水马力,以防止粘卡。常用的有某些油类、石墨、塑料小珠以及表面活性剂。

(8)发泡剂和消泡剂。发泡剂主要用来使水溶液产生气泡,又称泡沫剂。当使用气体钻井时,用泡沫剂将水带出,还可用于配制各种泡沫钻井液。常用的有烷基磺酸钠、烷基苯磺酸钠等;消泡剂主要用来消除钻井液中的起泡及降低起泡作用,尤其对咸水处理和盐水钻井液更为重要。常用的有泡敌、甘油聚醚、硬脂酸铝等。

(9)其他。主要有以下几类。

絮凝剂:主要用来絮凝钻井液中过多的粘土细微颗粒和清除钻屑,从而使钻井液保持低固相,它也是一种良好的包被剂,可使钻屑不分散,易于清除,并有防塌作用。常用的有石膏、盐、消石灰、聚丙烯酰胺等。

页岩抑制剂:主要用来抑制页岩中所含粘土矿物的水化膨胀分散而引起的井塌。常用的有石膏、硅酸盐、石灰、各种钾盐、各种沥青制品和高聚物的钾盐、钙盐等。

杀菌剂:主要用来杀灭钻井液中的各种细菌,使其降低到安全的含量范围之内,以免破坏某些处理剂的效能。常用的有多聚甲醛、烧碱、石灰以及各种防发酵剂等。

解卡剂:主要用来浸泡钻具在井内被泥饼粘附的井段,以降低摩阻系数,增加润滑性,解除压差卡钻。常用的有各种油类、含有快渗剂的油包水乳状液和酸类。

缓蚀剂:主要用来控制钻具的各种腐蚀。常用的有各种消化石灰、亚硫酸钠、碳酸锌以及胺盐。一般地,乳化和油基钻井液都具有较好的抑制腐蚀的性能。

还有无机和有机具有特殊用途的材料。

二、岩土注浆液分类

岩土工程浆液涵盖了地质工程和土木建筑工程中的工程浆液,包括混凝土、砂浆、岩土注浆浆液,以及基础工程施工中的循环液和稳定液等,本书主要介绍注浆浆液的实验原理和方法。

以改良地基为目的,在地基中注入的材料称为注浆材料。广义上讲,凡是一种流体在一定条件下可以变为固体的物质,均可作为注浆材料。随着生产的发展、工程的需要,近年来出现不少比较理想的注浆材料,供不同地质条件工程选用。原材料包括主剂(可能是一种或几种)和助剂(可能没有,也可能是一种或几种),助剂可根据它在浆液中的作用,分为固化剂、催化剂、速凝剂、缓凝剂和悬浮剂等。

注浆材料品种很多,性能也各不相同,但是作为注浆材料,应有一些共同的性质。一种理想的注浆材料,应满足以下要求:

- (1)浆液粘度低、流动性好、可注性好,能够进入细小缝隙和粉细砂层。
- (2)浆液凝固时间能够在几秒至几小时内任意调节,并能准确控制。
- (3)浆液固化时体积不收缩,能牢固粘结砂石。
- (4)浆液结石率高,强度大。
- (5)浆液无毒、无臭,不污染环境,对人体无害,属非易燃、易爆物品。

注浆材料分类方法很多,按浆液所处的状态分为真溶液、悬浮液和乳化液;按工艺性质可分为单浆液和双浆液;按浆液颗粒可分为粒状浆液和化学浆液;按浆液主剂性质可分为无机系

列和有机系列两大类(图 1-1)。



图 1-1 注浆材料分类

第三节 实验设计方法

研究钻井液与工程浆液实验原理和方法的目的是:掌握泥浆流变性、失水造壁性、抑制性、润滑性、腐蚀性、固相含量、材料和组分的有关测试方法,滤液分析方法,常用试剂配制法以及泥浆仪器的结构、原理、性能和使用方法,掌握护壁堵漏水泥浆液、化学浆液和其他工程浆液的性能测试方法。

一、常用的术语

实验指标:指作为实验研究过程的因变量,常为实验结果特征的量。

因素:指做实验研究过程的自变量,常常是造成实验指标按某种规律发生变化的那些原因。

水平:指实验中因素所处的具体状态或情况,又称为等级。

全面实验:可以分析各因素的效应,交互作用,也可选出最优水平组合。但全面实验包含的水平组合数较多,工作量大,在有些情况下无法完成。

二、正交实验设计的基本概念及基本原理

在实验安排中,如 3 因素 3 水平的全面实验水平组合数为 $3^3=27$, 4 因素 3 水平的全面实验水平组合数为 $3^4=81$, 5 因素 3 水平的全面实验水平组合数为 $3^5=243$, 这在科学实验中是有可能做不到的。正交实验设计是利用正交表来安排与分析多因素实验的一种设计方法。它是在实验因素的全部水平组合中,挑选部分有代表性的水平组合进行实验的,通过对这部分实验结果的分析,了解全面实验的情况,找出最优的水平组合。

正交实验设计的基本特点是:用部分实验来代替全面实验,通过对部分实验结果的分析,了解全面实验的情况。

正因为正交实验是用部分实验来代替全面实验,它不可能像全面实验那样对各因素效应、交互作用一一分析;当交互作用存在时,有可能出现交互作用的混杂。虽然正交实验设计有上述不足,但它能通过部分实验找到最优水平组合,因而很受实际工作者的青睐。

三、正交表及其基本性质

正交设计安排实验和分析实验结果都要用正交表,因此先对正交表作一介绍。

1. 各列水平数均相同的正交表

各列水平数均相同的正交表,也称单一水平正交表。这类正交表名称的写法举例如下:



各列水平数均为 2 的常用正交表有: $L_4(2^3)$, $L_8(2^7)$, $L_{12}(2^{11})$, $L_{16}(2^{15})$, $L_{20}(2^{19})$, $L_{32}(2^{31})$;

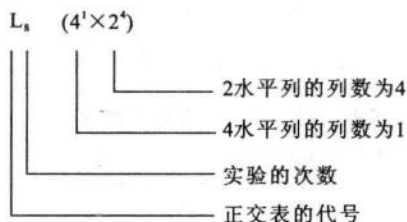
各列水平数均为 3 的常用正交表有: $L_9(3^4)$, $L_{27}(3^{13})$;

各列水平数均为 4 的常用正交表有: $L_{16}(4^5)$;

各列水平数均为 5 的常用正交表有: $L_{25}(5^6)$ 。

2. 混合水平正交表

各列水平数不相同的正交表称混合水平正交表,下面是一个混合水平正交表名称的写法:



$L_8(4^1 \times 2^4)$ 常简写为 $L_8(4 \times 2^4)$ 。此混合水平正交表含有 1 个 4 水平列, 4 个 2 水平列, 共有 $1+4=5$ 列。

四、正交实验结果分析方法

1. 极差分析方法

下面以表 1-4 为例讨论 $L_4(2^3)$ 正交实验结果的极差分析方法。表 1-1 中参数说明见表 1-5。极差指各列中各水平对应的实验指标平均值的最大值与最小值之差。由表 1-4 的计算结果可知,用极差法分析正交实验结果可引出以下几个结论:

(1) 在实验范围内,各列对实验指标的影响从大到小的排队。某列的极差最大,表示该列的数值在实验范围内变化时使实验指标数值的变化最大。所以各列对实验指标的影响从大到小的排队,就是各列极差 D 的数值从大到小的排队。

(2) 实验指标随各因素的变化趋势。为了能更直观地看到变化趋势,常将计算结果绘制成图。

(3) 使实验指标达到最好的操作条件。

(4) 可对所得结论和进一步的研究方向进行讨论。

表 1-4 $L_4(2^3)$ 正交实验计算

列 号		1	2	3	实验指标 y_i
实验号	1	1	1	1	y_1
	2	1	2	2	y_2
	3	2	1	2	y_3
	4	2	2	1	y_4
I_j		$I_1 = y_1 + y_2$	$I_2 = y_1 + y_3$	$I_3 = y_1 + y_4$	
II_j		$II_1 = y_3 + y_4$	$II_2 = y_2 + y_4$	$II_3 = y_2 + y_3$	
k_j		$k_1 = 2$	$k_2 = 2$	$k_3 = 2$	
I_j/k_j		I_1/k_1	I_2/k_2	I_3/k_3	
II_j/k_j		II_1/k_1	II_2/k_2	II_3/k_3	
极差(D_j)		$\max\{\} - \min\{\}$	$\max\{\} - \min\{\}$	$\max\{\} - \min\{\}$	

表 1-5 参数说明表

I_j	第 j 列“1”水平所对应的实验指标的数值之和
II_j	第 j 列“2”水平所对应的实验指标的数值之和
k_j	第 j 列同一水平出现的次数。等于实验的次数(n)除以第 j 列的水平数
I_j/k_j	第 j 列“1”水平所对应的实验指标的平均值
II_j/k_j	第 j 列“2”水平所对应的实验指标的平均值
D_j	第 j 列的极差。等于第 j 列各水平对应的实验指标平均值中的最大值减最小值, 即 $D_j = \max\{I_j/k_j, II_j/k_j, \dots\} - \min\{I_j/k_j, II_j/k_j, \dots\}$

2. 方差分析方法

实验指标的加和值为 $\sum_{i=1}^n y_i$, 实验指标的平均值 $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$, 以第 j 列为例, 如表 1-6 所示。

表 1-6 方差计算 j 列表

①	I_j	“1”水平所对应的实验指标的数值之和
②	II_j	“2”水平所对应的实验指标的数值之和
③		
④	k_j	同一水平出现的次数。等于实验的次数除以第 j 列的水平数
⑤	I_j/k_j	“1”水平所对应的实验指标的平均值
⑥	II_j/k_j	“2”水平所对应的实验指标的平均值
⑦		

以上几项的计算方法同极差法(见表 1-4),下面介绍另外八项的计算方法:

⑧偏差平方和

$$S_j = k_j \left(\frac{I_j}{k_j} - \bar{y} \right)^2 + k_j \left(\frac{II_j}{k_j} - \bar{y} \right)^2 + k_j \left(\frac{III_j}{k_j} - \bar{y} \right)^2 + \dots$$

⑨ f_j ——自由度。 $f_j =$ 第 j 列的水平数 $- 1$ 。

⑩ V_j ——方差。 $V_j = S_j / f_j$ 。

⑪ V_e ——误差列的方差。 $V_e = S_e / f_e$ 。式中 e 为正交表的误差列。

⑫ F_j ——方差之比。 $F_j = V_j / V_e$ 。

⑬查 F 分布数值表(F 分布数值表请查阅有关参考书)做显著性检验。

⑭总的偏差平方和 $S_{\Sigma} = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$ 。

⑮总的偏差平方和等于各列的偏差平方和之和,即 $S_{\Sigma} = \sum_{j=1}^m S_j$, 式中 m 为正交表的列数。

若误差列由 5 个单列组成,则误差列的偏差平方和 S_e 等于 5 个单列的偏差平方和之和,即 $S_e = S_{e1} + S_{e2} + S_{e3} + S_{e4} + S_{e5}$;也可用 $S_e = S_{\Sigma} + S''$ 来计算,其中 S'' 为安排有因素或交互作用的各列的偏差平方和之和。

五、正交实验举例

下面分析一个用正交法优化钻井液配方的例子来说明正交实验的具体过程。

在煤层气钻井施工中要使用钻井液来排除岩屑、稳定井壁、平衡地层压力等,所以选择合适的钻井液十分重要。开展煤层气钻井液研究优化配方,减少钻井液对煤层渗透率的损害具有很现实的意义。

本实验所用配方范围为:清水 + 1.6% 普通膨润土 + (0.4% ~ 1.0%) 增粘剂 [HV - CMC (高粘羧甲基纤维素钠) 与 CMS (羧甲基淀粉) 1 : 1 混合] + 1% 乳化剂 + (8% ~ 15%) 密度减轻剂 (柴油) + (0.1% ~ 0.5%) 防塌剂 (FT - 1 磺化沥青) + (0.1% ~ 0.3%) 聚丙烯酰胺 + 0.5% 氯化钾。通过正交实验来确定增粘剂、防塌剂、聚丙烯酰胺、密度减轻剂的具体配比。

本正交实验设计 4 个因素,各因素有 3 个水平,如表 1-7 所示,其中:

表 1-7 正交实验因素水平设计表

实验号	A 增粘剂	B 密度减轻剂	C 聚丙烯酰胺	D 磺化沥青
1	①0.4%	①8%	①0.1%	①0.1%
2	①0.4%	②12%	②0.2%	②0.3%
3	①0.4%	③15%	③0.3%	③0.5%
4	②0.7%	①8%	②0.2%	③0.5%
5	②0.7%	②12%	③0.3%	①0.1%
6	②0.7%	③15%	①0.1%	②0.3%
7	③1.0%	①8%	③0.3%	②0.3%
8	③1.0%	②12%	①0.1%	③0.5%
9	③1.0%	③15%	②0.2%	①0.1%

- (1)增粘剂的水平:①0.4%;②0.7%;③1.0%;
 (2)密度减轻剂(柴油):①8%;②12%;③15%;
 (3)聚丙烯酰胺的水平:①0.1%;②0.2%;③0.3%;
 (4)防塌剂(FT-1 磺化沥青)的水平:①0.1%;②0.3%;③0.5%。

根据正交实验因素水平设计表中的不同添加剂的加量配制 9 种配方,对不同配方的比重、pH 值、视粘度、塑性粘度、动切力、失水量进行测量,并记录至表 1-8 中。

表 1-8 正交实验数据表

实验号	比重 (g/cm ³)	pH	视粘度 (mPa·s)	塑性粘度 (mPa·s)	动切力(Pa)	失水量 (mL/30min)
1	1.03	8	23.5	12	11.5	9
2	1.02	8.5	28	14.5	13.5	8
3	1.01	8	28.5	21.5	18	8
4	1.03	8	25.5	11.5	14	8
5	1.01	7.5	29.5	15	14.5	7
6	1.00	8	32	16.5	15.5	8
7	1.04	8	21	11.5	14.5	7
8	1.02	7.5	19.5	11.5	15	8
9	1.01	8	18	11	14.5	6

六、正交实验数据分析

1. 视粘度的影响

首先分析第一列 A 增粘剂。把包含增粘剂“①”水平的三次实验(1,2,3 号实验)算作第一组,同样把包含增粘剂“②”水平的三次实验(4,5,6 号实验)、“③”水平的三次实验(7,8,9 号实验)分别作为第二组、第三组。那么 9 次实验就分成了三组。在这三组实验中,其他因素(B, C, D)的①、②、③水平都分别出现了一次(表 1-7)。

(1)把第一组实验得到的视粘度的实验结果相加,即第一列①水平所对应的第 1,2,3 号实验数据相加,然后除以①水平出现的次数(表 1-9),结果记作 I: $I = 26.667$;

(2)把第二组实验得到的视粘度的实验结果相加,即第一列②水平所对应的第 4,5,6 号实验数据相加,然后除以②水平出现的次数,结果记作 II: $II = 27.5$;

(3)同样,将第一列 3 水平对应的 7,8,9 号实验的数据相加,然后除以③水平出现的次数,结果记作 III: $III = 19.5$ 。

可以将 I 看作是这样三次实验的数据和,即在这 3 次实验中,只有 A 增粘剂因素的①水平出现了 3 次,而其他 B 密度减轻剂、C 聚丙烯酰胺、D 磺化沥青 3 个因素的①、②、③水平各出现了 1 次,数据和 I 反映了 3 次 A 增粘剂因素的①水平的影响和 B 密度减轻剂、C 聚丙烯酰胺、D 磺化沥青每个因素的①、②、③水平各一次的影响。同样 II (III)反映了 3 次 A 增粘剂因素的②、③水平的影响和 B 密度减轻剂、C 聚丙烯酰胺、D 磺化沥青每个因素的①、②、③水平各一次的影响。