

◀ 钻井完井 ▶

doi:10.3969/j.issn.1001-0890.2013.04.020

伊朗 Y 油田深部复杂地层钻井液技术

任立伟^{1,2}, 夏柏如¹, 唐文泉², 宋兆辉²

(1. 中国地质大学(北京)工程技术学院, 北京 100083; 2. 中国石油化工工程技术研发院, 北京 100101)

摘要: 伊朗 Y 油田深部地层的超厚活跃沥青层和高压差储层钻进过程中, 存在沥青侵入、压差卡钻事故频发和 $\phi 149.2$ mm 井眼地层压力测试困难等问题。在室内试验的基础上, 对钻井液的封堵、润滑和抑制防塌等关键性能和相关技术措施进行优化; 利用选择性优先粘附和稠化封堵技术措施, 有效控制了 Kazh 地层的沥青侵入程度; 在保证钻井液具有良好的封堵和润滑性能的基础上, 分段采用强化封堵技术措施有效解决了 FLN 地层压差卡钻的问题。现场应用表明, FH4 井、FH14 井和 FH17 井均实现了 28 MPa 高压差下的安全施工。

关键词: 沥青侵 压差卡钻 稠化 封堵 钻井液 伊朗

中图分类号: TE254⁺.4 文献标识码: A 文章编号: 1001-0890(2013)04-0092-05

Drilling Fluid Technology for Deep Troublesome Formation of Y Oilfield in Iran

Ren Liwei^{1,2}, Xia Bairu¹, Tang Wenquan², Song Zhaohui²

(1. College of Engineering and Technology, China University of Geosciences, Beijing, 100083, China;
2. Sinopec Research Institute of Petroleum Engineering, Beijing, 100101, China)

Abstract: Drilling in deep formation in Iran Y Oilfield, which contains ultra-thick active bitumen and high differential pressure, is facing challenges such as bitumen invasion, differential sticking, difficulty in formation pressure test at $\phi 149.2$ mm hole section, etc. Therefore, on the basis of laboratory study, the key properties of drilling fluid including plugging, lubricity, inhibition and slough-prevention were optimized. The bitumen invasion was controlled by selective preferential adherence and thickening and plugging technology in Kazhdumi Formation. Apart from keeping good plugging and lubrication of drilling fluids, separated layer sealing technique was applied in Fahliyan Formation to overcome the sticking caused by differential pressure. All these measures that were applied in Well FH4, FH14 and FH17, solving bitumen invasion and differential sticking are effective. There was no trouble and complicated situation happened during drilling operation in high differential pressure (28MPa) formation.

Key words: bitumen invasion; differential pressure sticking; thickener; plugging; drilling fluid; Iran

伊朗西南部 Y 油田主要目的层为 FLN 储层, 已钻井平均井深 4 500 m 左右, 自上而下钻遇古近系—新近系上新统 Ag 组、中新统 Gach 组、渐新统 As 组、古新统 Pa 组, 以及上白垩系的 Gur、Il、Laf、Sa 和下白垩系的 Kazh、Bur、Dari、Gad、FLN、Gar 等多套地层, 原则上进入 Gar 地层完钻^[1]。已钻井自井深 3 400 m 左右的 Kazh 地层以深井下故障频发, 造成多口井侧钻或临时弃井^[2-6]。分析该地区深部复杂地层特点及钻井液技术难点, 认为必须针对现场实际情况对现用钻井液配方和相关技术措施进

行进一步优化。优化后的钻井液技术在 FH4 井、FH14 井和 FH17 井现场试验效果良好, 为其他井钻井提供了借鉴。

收稿日期: 2012-08-06; 改回日期: 2013-03-09。

作者简介: 任立伟(1978—), 男, 黑龙江巴彦人, 2002 年毕业于大庆石油学院精细化工专业, 2009 年获中国石油大学(北京)化学工艺专业硕士学位, 在读博士研究生, 工程师, 主要从事钻井液技术管理及研究工作。

联系方式: (010)57972326, renlw.os@sinopec.com。

基金项目: 中国石化科技攻关项目“海外重点区块复杂地层钻井关键技术研究”(编号:P12077)部分研究成果。

1 钻井液技术难点

1.1 Kazh 超厚活跃稠油沥青层

Kazh 地层由暗色沥青质页岩和黑色泥灰岩组成,有不等厚的干/湿沥青夹层,裂缝和溶洞比较发育,流体流动的主要通道是裂缝和溶洞。超厚活跃稠油沥青(稠油和沥青共存,简称稠油沥青)埋深 3 500 m 左右,地层温度 110 ℃以上,厚度 50~80 m。录井资料显示,不同井产出的沥青物性差异很大,从稠油到干沥青都有;沥青层压力差异大(当量钻井液密度为 1.19~1.65 kg/L),分布规律性差。在压力与温度的共同作用下,沥青层会呈现出塑性蠕变—膏状流体的不同“活跃状态”,给现场施工带了极大困难。由于沥青自身性质及井内温度差的原因,停泵时间稍长,上部井段即形成沥青段塞,导致开泵压力急剧增大,造成涌漏同存的复杂井况。现场实践还证实,如果初期无法控制沥青侵入速度,后期处理复杂情况的难度就会增大,且沥青流动性越好处理难度越大,采取提高钻井液密度、混油、乳化等常规措施无法控制沥青侵入程度及消除侵入后果,该问题已造成多口井弃井或被迫变更设计。

1.2 高压差

FLN 地层为主要目的层,埋深超过 4 050 m,以灰岩为主,地层压力系数变化大,上部高达 1.60,下部为 1.30~1.40,呈上高下低趋势,实钻中压差最高可达 20 MPa。此外,FLN 储层还具有温度高(149 ℃)、硫化氢分压高(达 0.29 MPa)、储层孔洞发育、渗透性高等特点^[7-8]。高压差、多孔洞致使地层压力传递迅速并形成虚厚泥饼,导致钻具与井壁间粘附力增大,短时间静止(如接立柱)后再次上提摩阻超过 20 kN,极易造成粘附卡钻。前期已钻井在低压层接立柱后,需多次开动顶驱并上下活动钻具,才能恢复正常。另外,FLN 地层上部的 Gad 地层以页岩为主,极易水化剥落,发生井壁失稳,造成摩阻增大,钻具活动受限,与 FLN 地层高压差共同作用,导致粘附卡钻多发。

1.3 φ149.2 mm 井段压力测试困难

Gad 页岩地层的水化剥落具有周期性,测试地层压力的过程中多次发生井壁失稳,造成摩阻增大,仪器活动受限。FLN 高压差地层井壁泥饼虚厚,摩

阻大。 $\phi 149.2$ mm 井眼环空返速低,井眼清洁困难。地层压力测试所用仪器外径较大(略大于 127.0 mm),取样静止时间长(10 min),电测仪器遇阻遇卡频繁,部分井取样后井壁垮塌,已完钻井均未取全 FLN 地层压力测试数据。

2 主要对策及技术优化

2.1 沥青层稠化封堵技术

2.1.1 沥青稠化试验

沥青侵入的处理难度与进入井筒内沥青的可流动性密切相关。针对 Kazh 地层的沥青侵入问题,参考沥青氧化机理^[9-10],认为提高沥青质在沥青各组分中的比例可以有效降低沥青可流动性,以这一技术思路为基础优选了稠化材料 YCH-4。在取自伊朗 FH13 井的稠油沥青中加入 YCH-4,稠油沥青的分子结构发生改变,沥青中的沥青质组分含量增加,软化点升高,可流动性降低(见表 1)。

表 1 稠油沥青稠化试验

Table 1 Bitumen thickening test in crude oil

序号	物料配比			稠化 温度/℃	稠化 时间/h	沥青软化点/℃	
	稠化材料	沥青	钻井液			反应前	反应后
1	1	5	0	100	2	49.5	115
2	1	5	40	100	2	49.5	95

注:物料配比为体积比。

从表 1 可以看出,未加入钻井液的 1 号试验的产物软化点高于地层温度(110 ℃),而在有钻井液存在的 2 号试验中,YCH-4 提高沥青软化点的效果降低,且反应结束后钻井液黏度降低近 50%,钻井液已经不能正常使用。以上试验结果表明,用 YCH-4 提高沥青软化点效果显著,可较好地降低沥青的可流动性,但不宜在钻进时直接加入到钻井液中。

2.1.2 稠化封堵技术

根据现场实践,沥青侵入时多伴有钻井液漏失,侵入的沥青流动性越好,堵漏材料在漏失孔道中的滞留就越困难,无法形成对沥青层的有效封堵,堵漏成功率非常低^[2]。稠化材料 YCH-4 与堵漏材料一同进入沥青地层,YCH-4 降低地层孔道中沥青的可流动性,堵漏材料更易滞留在地层孔道中,可对沥青层形成有效封堵。以此技术思路为基础,在室内将预水化膨润土浆、现场沥青、YCH-4 和现场堵漏材料复配成稠化封堵浆。因现有仪器无法测定沥青和 YCH-4 存在时封堵浆的封堵效果,因此,在室内

110 ℃温度下密闭养护4 h再冷却至室温条件下,根据养护产物直观判断其稠化封堵效果,确定“4%膨润土浆+15%YCH-4+30%现场堵漏材料”为最优化配方,此配方与30%现场沥青共同养护后,沥青因软化点大幅提高而失去流动性,堵漏材料与沥青胶结凝固在一起,能够有效封闭沥青层通道。

2.2 优化钻井液性能以提高页岩地层稳定性

Gad页岩地层具有较强的水敏性,钻井过程中易发生井壁失稳。实践证明,良好的化学抑制剂能够获得理想的防塌效果^[11-12]。为了提高钻井液的抑制性,以抗温聚磺钻井液为基浆对防塌抑制剂进行复配与加量优化试验,试验包括膨胀率试验和钻屑滚动回收试验,结果见图1和表2。抗温聚磺钻井液的配方为2.0%膨润土+0.3%NaOH+0.1%XCD+3.0%KCl+2.0%SPNH+2.0%SMP-2+2.0%TCFD(磺化沥青)。膨胀率试验所用岩心为在15 MPa压力压制的膨润土岩心,试验条件为95 ℃、3.5 MPa。钻屑滚动回收试验采用伊朗Gad地层井段的钻屑。

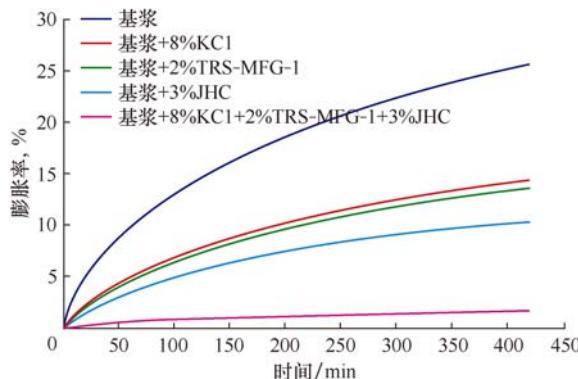


图1 人工岩心在不同配方钻井液中膨胀率对比

Fig. 1 Comparison of expandability for artificial core in different formulas of drilling fluids

表2 钻屑滚动回收率对比

Table 2 Comparison of cuttings recovery with rolling test method

钻井液	API滤失量/mL	岩屑质量/g		回收率,%
		滚动前	滚动后	
基浆	4.8	10.3	7.3	70.9
基浆+8%KCl	5.4	10.2	8.1	79.4
基浆+2%TRS-MFG-1	4.4	10.3	8.6	83.5
基浆+3%JHC	4.8	10.2	8.9	87.3
基浆+8%KCl+2%TRS-MFG-1+3%JHC	3.6	10.2	9.9	97.1

从图1和表2可以看出,基浆+8%KCl+2%TRS-MFG-1(防塌剂)+3%JHC(聚合醇)的钻井液与其他配方钻井液相比,防膨胀效果最好,滚动回

收率最高,说明8%KCl、2%TRS-MFG-1和3%JHC复配能够有效提高钻井液的防塌抑制能力。

2.3 钻井液封堵与泥饼润滑性能优化

2.3.1 防渗封堵能力优化

为了对FLN高压差地层形成有效封堵,降低压差卡钻的发生概率^[13],以抗温聚磺钻井液为基浆,在温度24 ℃、压差0.7 MPa、砂床组合粒径为40~60目的试验条件下,对随钻堵漏材料加量及配比进行了优化,结果见表3。

表3 封堵材料加量优化试验结果

Table 3 Optimization of additive dosage for testing the plugging material

钻井液	塑性黏度/(mPa·s)	动切力/Pa	API滤失量/mL	侵入砂床深度/(cm·(0.5 h) ⁻¹)
基浆	30	10	4.1	全部漏失
基浆+3%SDL	32	11	3.8	5.6
基浆+3%超细碳酸钙	30	11	3.4	7.8
基浆+3%SNFST	37	13	2.8	4.2
基浆+1%SDL+2%超细碳酸钙+1%SNFST	35	12	3.2	2.2

由表3可知,在基浆中加入随钻堵漏材料后,钻井液的封堵能力大幅提高。结合随钻堵漏材料对钻井液流变性能影响结果,最终确定适合现场使用的优化配方为:基浆+1%SDL+2%超细碳酸钙+1%SNFST(非渗透材料)。

2.3.2 钻井液润滑能力的改进

为了降低FLN高压差地层的粘卡风险,除要求钻井液具有良好的封堵能力外,改善泥饼的润滑性能也至关重要。为此,用密度1.70 kg/L的基浆分别评价了液体润滑剂、固体润滑剂和JHC对其黏附系数的影响,结果见表4。基浆配方为1.5%膨润土+0.3%XN-367+0.1%XCD+3.0%SMP-2+3.0%SPNH+2.0%TCFD+5.0%KCl+重晶石粉。由表4可知,基浆+1.0%液体润滑剂+1.0%固体润滑剂+1.0%JHC+重晶石的润滑性最好,流变性能也较好。

2.4 工程技术措施

1) 在钻进Kazh沥青层前,甩掉稳定器、减少钻铤数量并去掉钻头喷嘴,防止因压力激动而增加井下复杂程度;保证钻井液中的随钻堵漏材料含量较高(最高10%),钻井液具有一定的沥青层稠化封堵能力,以保证压井堵漏施工安全。避免沥青层段长

表 4 钻井液润滑性能试验结果
Table 4 Results of drilling fluid lubrication test

钻井液	表观黏度/(mPa·s)	塑性黏度/(mPa·s)	剪切力/Pa	API 滤失量/mL	粘附系数
基浆	34.0	25	7.0	3.4	0.193 2
基浆+1.0%液体润滑剂	35.0	26	9.0	3.2	0.134 3
基浆+2.0%液体润滑剂	36.5	28	8.5	2.8	0.105 6
基浆+3.0%液体润滑剂	38.0	29	9.0	2.6	0.067 5
基浆+4.0%液体润滑剂	43.0	32	9.5	2.6	0.062 6
基浆+1.0%液体润滑剂+1.0%固体润滑剂+1.0%JHC	41.5	32	9.5	2.2	0.047 5

时间停泵,防止因沥青侵入量过多而无法处理。根据沥青性状及侵入量调整堵漏材料的加量,并及时采取沥青层稠化封堵措施进行施工。

2) 在钻进 Gad 页岩地层时,按室内试验的配方补足防塌抑制材料,控制顶驱钻速小于 80 r/min,减轻机械碰撞造成的井壁失稳程度,并在进行电测、固井前采取技术措施确保井壁稳定。

3) FLN 高压差地层接立柱时间控制在 4 min 以内,尽量保持转盘转动,防止钻具静止时与井壁粘附过强而卡死。钻进时按照室内试验的配方补足封堵和润滑材料,用井浆预先配置润滑封堵浆,钻至 FLN 低压地层前 20 m 和进入后每 2~3 个立柱短起下,并泵入润滑封堵浆,利用循环压耗将封堵润滑材料挤入地层,减弱井底压力传递,增强井壁泥饼润滑性,防止压差卡钻。润滑封堵浆配方为:井浆+2.0%~3.0%单封类材料+1.0%~1.5%封堵聚合物+1.0%~2.0%塑料小球+2.0%~3.0%超细碳酸钙+2.0%~3.0%石墨粉+2.0%液体润滑剂。

4) φ149.2 mm 井眼完钻常规电测、通井后再进行地层压力测试,通井到底循环正常后以 140 r/min 以上转速拍打井壁 30 min,使接近水化剥落周期的Gad 页岩掉落,并拍打、刮擦 FLN 高渗透地层井壁的虚泥饼。按高黏、低黏、高黏的顺序用非常规清扫液清扫井眼,井眼清洁后泵入预先配置的强抑制润滑浆封闭井底,以保证地层压力测试顺利及井壁稳定^[11]。强抑制润滑浆的配方为:井浆+3%降滤失剂+3%液体润滑剂+1%石墨+3%页岩抑制剂。

3 现场应用效果

3.1 有效控制了 Kazh 地层沥青侵入

FH4 井、FH14 井未发现明显沥青侵,而 FH17 井在 Kazh 地层 3 370~3 424 m 井段钻遇活跃稠油沥青层,返至振动筛上的沥青量占岩屑返出量的 80%以上,且沥青团块上粘附了较多堵漏材料和钻屑。将

随钻堵漏材料含量提高至 10%后,沥青对重晶石粉的粘附减少,这与沥青的选择性吸附原理^[14]相吻合。将钻井液密度从 1.35 kg/L 提高至 1.50 kg/L 后,沥青侵入速度得到控制。在长提、通井、电测、下套管前,按照室内试验配方配制稠化封堵浆,将稠化封堵浆泵至 Kazh 沥青层段,并利用循环压耗将部分稠化封堵浆挤入沥青层,稠化侵入井筒的沥青使其再循环时被清除,进入地层孔道的稠化和堵漏材料有效封堵了沥青与钻井液渗流通道,减缓了长时间停泵时的沥青侵入速度(见表 5)。停泵时,单位时间内被污染的钻井液量明显减小。沥青层稠化封堵技术的应用,保证了长提更换正常钻具组合、通井、电测和下套管施工的顺利进行,但因沥青堵塞环空,导致固井施工极为困难。

表 5 污染浆排放量对比

Table 5 Comparison of discharged quantity of contaminated mud

工况	耗时/h	放掉污染浆量/m ³	污染速度/(m ³ ·h ⁻¹)	备注
短起下	8.00	15.0	1.88	
长提	25.25	9.2	0.36	放掉的污染浆不包括 6 m ³ 稠化浆

3.2 解决了 FLN 高压差地层的粘卡问题

FH4 井、FH14 井和 F17 井 FLN 地层钻进过程中,按照室内试验结果优化了钻井液封堵和润滑性能,采取了分段强化封堵技术措施,且所用固体润滑剂具有一定的封堵作用。良好的润滑和封堵性能,有效减少了 FLN 地层压差卡钻的发生,在钻进和接立柱期间显示轻微阻卡,上提摩阻小于 6 kN,只有 FH14 井在刚进入低压层接立柱后摩阻超过 10 kN,但上提下放活动后恢复正常。3 口井四开井段均无卡钻事故发生,成功解决了该层普遍存在的压差卡钻问题。

3.3 首次取全 φ149.2 mm 井段地层压力数据

FH14 井和 FH17 井在地层压力测试前通井时,合理利用页岩水化剥落周期性,机械碰撞与清扫液配合清扫井眼,并专门封闭裸眼段,成功解决了该

区块 $\phi 149.2$ mm 井眼无法完成四开井段地层压力测试的问题。FH14 井历时 22 h 取了 63 个测点的压力,成为该区块首口取全 FLN 地层压力测试数据的井;FH17 井测试也取得成功,且 FH14 井和 FH17 井均未出现后续井壁垮塌问题。实测表明,FLN 地层上部压力最高近 69 MPa,下部压力最低只有 40 MPa,FH14 井 FLN 地层实测压差近 28 MPa。

4 结论及建议

1) 为沥青提供粘附材料稳定钻井液出口密度,可有效控制沥青侵入程度,但沥青优先粘附材料的选择性及粘附机理还有待深入研究。

2) 沥青稠化技术可提高沥青软化点,降低沥青可流动性,与封堵技术配合使用效果较好。但稠化材料对钻井液性能影响较大,还需进一步研制与优选适合正常钻进使用的稠化材料。

3) 合理搭配随钻封堵材料、优化各种材料加量,在不同井段合理使用液体和固体润滑剂,并配合分段强化封堵技术措施,保证了对 FLN 高压差地层的有效封堵,有效解决了压差卡钻问题。

4) 采取机械碰撞技术措施可提高小井眼地层压力测试成功率,但可能影响井眼安全及固井质量。

参 考 文 献

References

- [1] 王权阳,李尧.抗高温 KCl 聚磺钻井液体系在伊朗 FX 井中的应用[J].石油钻采工艺,2012,34(1):50~53.
Wang Quanyang,Li Yao. Application of temperature resistant polymer-sulfonate KCl mud system on Well FX in Iran[J]. Oil Drilling & Production Technology,2012,34(1):50~53.
- [2] 何青水,宋明全,肖超,等.非均质超厚活跃沥青层安全钻井技术探讨[J].石油钻探技术,2013,41(1):20~24.
He Qingshui,Song Mingquan,Xiao Chao,et al. Discussion on safe drilling technology for heterogeneous ultra-thick and active bitumen zone[J]. Petroleum Drilling Techniques,2013,41(1):20~24.
- [3] 郭京华,夏柏如,赵增新,等.F19 井沥青侵及相关井下复杂情况的处理[J].特种油气藏,2012,19(4):134~137.
Guo Jinghua,Xia Bairu,Zhao Zengxin,et al. Treatments for bitumen contamination and associated downhole problems in Well F19 [J]. Special Oil & Gas Reservoirs,2012,19(4):134~137.
- [4] 郭京华,夏柏如,黄桂洪,等.稠油沥青污染钻井液的处理技术[J].钻采工艺,2012,35(4):91~94.
Guo Jinghua,Xia Bairu,Huang Guihong,et al. Treatment technique for bitumen-contaminated drilling fluids[J]. Drilling & Production Technology,2012,35(4):91~94.
- [5] 郭京华,夏柏如,田凤,等.伊朗 Y 油田高温深井防卡钻井液技

- 术[J].特种油气藏,2012,19(5):135~138.
Guo Jinghua,Xia Bairu,Tian Feng,et al. Drilling fluid technology preventing drilling pipe from sticking for high temperature deep wells of Y Oilfield of Iran[J]. Special Oil & Gas Reservoirs,2012,19(5):135~138.
- [6] 任云贞.伊朗雅达地区压差卡钻机理分析与预防措施研究[J].内蒙古石油化工,2011,37(11):140~141.
Ren Yunzhen. Mechanism analyses and research of preventive measures for differential pressure sticking in Yada Oilfield,Iran[J]. Inner Mongolia Petrochemical Industry,2011,37(11):140~141.
- [7] 黄建林,宋战培,张果,等.伊朗 Y 油田井筒动静态腐蚀环境评价[J].石油钻探技术,2010,38(5):119~122.
Huang Jianlin,Song Zhanpei,Zhang Guo,et al. Iranian Y Oilfield wellbore static and dynamic corrosion environment analysis[J]. Petroleum Drilling Techniques,2010,38(5):119~122.
- [8] 张果,黄建林,侯立中,等.永置井下压力温度监测系统在伊朗 Y 油田的应用[J].石油钻探技术,2010,38(5):115~118.
Zhang Guo,Huang Jianlin,Hou Lizhong,et al. Application of permanent downhole monitoring system in Iranian Y Oilfield [J]. Petroleum Drilling Techniques,2010,38(5):115~118.
- [9] 徐静,洪锦祥,刘加平.沥青老化机理综述[J].石油沥青,2011,25(4):1~7.
Xu Jing,Hong Jinxiang,Liu Jiaping. Literature review of asphalt aging mechanism[J]. Petroleum Asphalt,2011,25(4):1~7.
- [10] 范维玉,杨秋水.高锰酸钾氧化法对孤岛原油沥青质结构的研究[J].燃料化学学报,1998,16(3):237~243.
Fan Weiyu,Yang Qiushui. Study on the structure of Gudao asphaltene with alkaline permanganate oxidation[J]. Journal of Fuel Chemistry and Technology,1998,16(3):237~243.
- [11] 金军斌,宋明全,鲍洪志,等.加蓬 G4-188 区块钻井液技术难点与对策[J].石油钻探技术,2010,38(5):101~105.
Jin Junbin,Song Mingquan,Bao Hongzhi,et al. Gabon Block G4-188 drilling fluid technology difficulties and countermeasures [J]. Petroleum Drilling Techniques,2010,38(5):101~105.
- [12] 王富华,于敦远,万绪新,等.防塌与保护气层的钻井液技术[J].石油钻探技术,2006,36(5):39~43.
Wang Fuhua,Yu Dunyuan,Wan Xuxin,et al. Drilling fluid technology on anti-sloughing and gas formation damage control[J]. Petroleum Drilling Techniques,2006,36(5):39~43.
- [13] 魏文忠,王广书,吕国俭.新 1 井严重破碎带地层钻井技术难点及对策[J].石油钻探技术,2006,34(6):27~29.
Wei Wenzhong,Wang Guangshu,Lv Guojian. Technical trouble and countermeasures while penetrating severe fracture zones in Xin 1 Well[J]. Petroleum Drilling Techniques,2006,34(6):27~29.
- [14] 段秋者,董兆雄,罗平亚,等.沥青在石英砂上吸附特征和润湿性的微观研究[J].电子显微学报,2001,20(4):283~286.
Duan Qiuzhe,Dong Zhaoxiong,Luo Pingya,et al. Adsorption characteristics of asphaltene on silica sand and wettability by SEM[J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society,2001,20(4):283~286.