

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810051338.4

[51] Int. Cl.  
C09K 8/487 (2006.01)  
C08F 220/58 (2006.01)

[43] 公开日 2009年4月1日

[11] 公开号 CN 101397491A

[22] 申请日 2008.10.27

[21] 申请号 200810051338.4

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 宋春雷 安会勇 李羚露 李文波  
张萍萍 王丕新

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公  
司

代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 4 页

## [54] 发明名称

多元共聚油井水泥降滤失剂及其制备方法

## [57] 摘要

本发明为多元共聚油井水泥降滤失剂及其制备方法。将 10-120 份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、1-5 份的丙烯酸、15-50 份去离子水加入搅拌，加入质量分数为 5%-10% 的氢氧化钠水溶液中和至  $\text{pH} = 3-11$ ，再加入 10 份丙烯酰胺、0.1-1 份络合剂 EDTA、0.01-1 份的链转移剂，链转移剂为异丙醇或苯甲酸钠，温度控制在 30-60℃，通  $\text{N}_2$  30 分钟，加入 2-10 份 N-乙烯基吡咯烷酮，加入引发剂 0.01-0.5 份，引发剂为：过硫酸钾或过硫酸胺，反应 4-12 小时。180℃ 静止 5 小时，取出后流水冷却，没有沉积、无析水，180℃ 按照钻井液标准失水量为零、按照水泥标准失水量为 48ml。

1.多元共聚油井水泥降滤失剂，其特征在于，该滤失剂的成分及重量份的配方为：

丙烯酰胺	10 份
2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸	10-120 份
丙烯酸	1-5 份
N-乙烯基吡咯烷酮	2-10 份
络合剂	0.1-1 份
链转移剂	0.01-1 份
引发剂	0.01-0.5 份
氢氧化钠水溶液	20-50 份
去离子水	15-50 份；

所述的链转移剂为异丙醇或苯甲酸钠；络合剂为乙二胺四乙酸二钠，引发剂为过硫酸钾或过硫酸胺。

2、如权利要求 1 所述的多元共聚油井水泥降滤失剂的制备方法的步骤和条件如下：

在带有搅拌器和温度计的反应器中，按配比，先将 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、丙烯酸和去离子水加入搅拌，然后加入质量分数为 5%—10%的氢氧化钠水溶液中和至 pH=3-11,再加入丙烯酰胺、络合剂乙二胺四乙酸二钠和链转移剂，温度控制在 30—60°C，通 N<sub>2</sub> 30 分钟，加入 N-乙烯基吡咯烷酮,加入引发剂，反应 4—12 小时，得到多元共聚油井水泥降滤失剂。

## 多元共聚油井水泥降滤失剂及其制备方法

### 技术领域

本发明涉及多元共聚油井水泥降滤失剂及其制备方法,属于高分子材料的制备技术领域。

### 背景技术

固井施工时,水泥浆在压力下流经渗透性地层时将发生渗滤,导致水泥浆液相漏入地层,这个过程通称为“失水”。如果不控制失水,液相体积的减少将使水泥浆密度增加,稠化时间、流变性偏离原设计要求,水泥浆失水量过大,易形成桥堵,导致难以实现水泥浆紊流顶替并有可能引发地层流体窜流;大量液体流入地层使水泥浆变得难以泵送甚至不可泵送,并对地层造成不同程度的伤害,严重时可使固井作业失败。因此,通常在水泥浆中加入降失水剂,这是一种能控制水泥浆中液相向渗透性地层滤失,从而保持水泥浆有适当水灰比,加入后可改善水泥浆的流变性可降低水泥浆的失水,以求安全、高效固井,保证固井质量。

随着石油勘探开发事业的发展,钻井技术的进步给固井提出更高的要求。在石油可采、易采储量不断减少的情况下,油田勘探开发已向海洋、复杂地层、深井、中深井以及超深井方面发展。随着油气井钻探深度的加深,地层温度也不断升高。高温不仅会使钻井液的稳定性变差,钻井液维护困难;而且在固井时使水泥浆稠化时间变短,失水量增大,水泥石强度衰退,导致常规水泥浆外加剂失效,难以满足施工要求。为满足高温高压固井要求,需要不断研究出新的性能良好而稳定的耐温降失水剂。

耐高温降失水剂不同于一般的降失水剂,除了要有好的降失水效果外,

还要求降失水剂有一定的耐高温能力。目前，大部分降滤失剂产品均为水溶性高分子及有机材料。水溶性高分子以聚丙烯酰胺及其共聚物为主。然而，聚丙烯酰胺耐温抗盐性能较差，不仅不适用于高温油藏，就是在低温油藏条件下，也因其增稠能力下降，而无法正常使用。因而，抗温聚合物的研制成为国内外水溶性聚合物研制的热门课题。

中国专利200710062680.X公开了题为“纳米复合型抗高温降滤失剂及其制备方法”。该方法是在有机蒙脱土存在下，采用可逆—断裂链转移（RAFT）法合成了一种蒙脱土片层以纳米级分散在两亲性嵌段聚合物基体中的纳米型复合型降失水剂。该方法虽然比较新颖，但制备方法比较复杂，成本高不适合大规模实际应用。中国专利91103278.9公开了题为“一种油井水泥降滤失剂的制备方法”。该方法是将一定比例丙烯酰胺与丙烯酸盐溶液相混合，在一定温度和氮气保护下，加入引发剂合成了一种液体产品。该产品具有较好的控制滤失的能力，流动性能好，无增稠现象。由于产品中丙烯酰胺在温度大于70℃时酰胺基易发生水解，羧基对盐极为敏感，因此这种产品不适于高温地层。

## 发明内容

本发明目的是提供多元共聚油井水泥降滤失剂及其制备方法。该方法采用工业原料丙烯酰胺、2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、丙烯酸与N-乙基吡咯烷酮共聚，获得一种油井水泥降滤失剂。

由于本发明所采用原料均为工业级丙烯酰胺、2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、丙烯酸、N-乙基吡咯烷酮，在加入引发剂之前，必须预先在溶液体系中加入络合剂EDTA（乙二胺四乙酸二钠），以纯化反应溶液。在溶液中加入链转移剂为防止交联的产生。

本发明提供的多元共聚油井水泥降滤失剂的成分重量份的配方为：

丙烯酰胺 (AM)	10 份
2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸 (AMPS)	10-120 份
丙烯酸 (AA)	1-5 份
N-乙烯基吡咯烷酮 (NVP)	2-10 份
络合剂	0.1-1 份
链转移剂	0.01-1 份
引发剂	0.01-0.5 份
氢氧化钠水溶液	20-50 份
去离子水	15-50 份

所述的链转移剂为异丙醇或苯甲酸钠；络合剂乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 引发剂为过硫酸钾或过硫酸胺。

本发明提供多元共聚油井水泥降滤失剂的制备方法的步骤和条件如下：

在带有搅拌器和温度计的反应器中，按配比，先将 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、丙烯酸和去离子水加入搅拌，然后加入质量分数为 5%—10% 的氢氧化钠水溶液中和至 pH=3-11，再加入丙烯酰胺、络合剂乙二胺四乙酸二钠和链转移剂，温度控制在 30-60°C，通 N<sub>2</sub> 30 分钟，加入 N-乙烯基吡咯烷酮，加入引发剂，反应 4-12 小时，得到多元共聚油井水泥降滤失剂。

本发明具有如下优点：本发明所采用的原料都为工业上的原料，反应前不需进行提纯处理。制备工艺简单。通过共聚丙烯酸单体，由于丙烯酸中的羧酸根 (—COO<sup>-</sup>) 吸附能力很强，能吸附在带正电的水泥颗粒表面，同时兼有水化作用，它在降失水剂中主要起到吸附作用。但如果其比例过高，吸附性过强，将引起超缓凝作用。本发明所制得的多元共聚油井水泥降滤失剂，配成抗高温隔离液在 180°C 静置 5 小时，取出后流水冷却，没有沉积、无析水，180°C 按照钻井液标准失水量为零，180°C 按照水泥标准失水量为 48ml。

具体实施方式

实施例 1：取 10 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、1 重量份的丙烯酸加入 15 重量份的去离子水，然后加入质量分数为 5% 的氢氧

化钠水溶液中中和至 PH=3，再加入 10 重量份的丙烯酰胺，0.1 重量份的络合剂 EDTA、0.01 重量份的链转移剂异丙醇，在温度 30℃ 下搅拌、通 N<sub>2</sub>30 分钟后加入 2 重量份的 N-乙基吡咯烷酮，0.01 重量份的过硫酸钾，反应 12 小时。

实施例 2：取 50 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、3 重量份的丙烯酸加入 30 重量份的去离子水，然后加入重量分数为 8% 的氢氧化钠水溶液中中和至 PH=7，再加入 10 重量份的丙烯酰胺，0.5 重量份的络合剂 EDTA、0.1 重量份的链转移剂异丙醇，在温度 45℃ 下搅拌、通 N<sub>2</sub>30 分钟后加入 5 重量份的 N-乙基吡咯烷酮，0.1 重量份的过硫酸胺，反应 8 小时。

实施例 3：取 120 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、5 重量份的丙烯酸加入 50 重量份的去离子水，然后加入重量分数为 10% 的氢氧化钠水溶液中中和至 PH=11，再加入 10 重量份的丙烯酰胺，1 重量份的络合剂 EDTA、1 重量份的链转移剂苯甲酸钠，在温度 60℃ 下搅拌、通 N<sub>2</sub>30 分钟后加入 10 重量份的 N-乙基吡咯烷酮，1 重量份的过硫酸胺，反应 4 小时。

实施例 4：取 80 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、3 重量份的丙烯酸加入 45 重量份的去离子水，然后加入重量分数为 9% 的氢氧化钠水溶液中中和至 PH=9，再加入 10 重量份的丙烯酰胺，0.8 重量份的络合剂 EDTA、0.5 重量份的链转移剂异丙醇，在温度 50℃ 下搅拌、通 N<sub>2</sub>30 分钟后加入 8 重量份的 N-乙基吡咯烷酮，0.5 重量份的过硫酸钾，反应 5 小时。