

[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 200810051669.8

[51] Int. Cl.
C09K 8/68 (2006.01)
C08F 220/58 (2006.01)

[43] 公开日 2009年7月8日

[11] 公开号 CN 101475797A

[22] 申请日 2008.12.25

[21] 申请号 200810051669.8

[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 刘畅 安会勇 徐昆

李文波 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

一种耐温水基压裂液增稠剂及其制备方法

[57] 摘要

本发明属于一种耐温水基压裂液增稠剂及其制备方法。该增稠剂由丙烯酰胺、2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸、N-乙烯基吡咯烷酮、络合剂 EDTA、链转移剂、氢氧化钠水溶液和去离子水构成。该增稠剂采用工业原料丙烯酰胺、2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸与 N-乙烯基吡咯烷酮共聚，在带有搅拌器，温度计的反应器中制备。该制备方法简单。制得的耐温水基压裂液增稠剂，无水不溶物残渣，质量分数为 0.5% 的增稠剂，在 $170S^{-1}$ ， $95^{\circ}C$ 下，连续剪切 30min，粘度保持率在 65% 以上。

1. 一种耐温水基压裂液增稠剂，其特征在于，该增稠剂的配方为：

丙烯酰胺	10 份，
2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸	20-100 份，
N-乙烯基吡咯烷酮	2-8 份，
络合剂 EDTA	0.1-1 份，
链转移剂	0.01-1 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。

2. 如权利要求 1 所述的一种耐温水基压裂液的制备方法，其特征在于步骤和条件如下：

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、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 EDTA、链转移剂，温度为 30-60°C，通 N₂ 30 分钟，加入 N-乙烯基吡咯烷酮，加入引发剂，反应 4-12 小时，得到耐温水基压裂液增稠剂；所述的引发剂为过硫酸钾或过硫酸胺。

一种耐温水基压裂液增稠剂及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种耐温水基压裂液增稠剂及其制备方法。

背景技术

国内外使用的压裂液主要分为水基压裂液、油基压裂液、醇基压裂液以及泡沫压裂液等，由于水基压裂液具有成本低、性能好等优点，在国内外被广泛使用。增稠剂是水基压裂液的最主要添加剂，目前，国内外所用水基压裂液增稠剂品种很多，主要有天然植物胶及其衍生物、纤维素衍生物、合成聚合物等。植物胶及其衍生物由于具有增稠能力强、易交联形成冻胶且性能稳定等优点而成为国内外压裂作业中使用最多的增稠剂品种，约占各种增稠剂使用量的90%。其中胍胶在国外使用最普遍，胍胶最早由美国在20世纪60年代开发应用。而国内，除胍胶外，还有田菁胶和香豆胶。胍胶增稠能力在各种植物胶中最强，但水不溶物含量高，并且易被生物分解而不能长期保存。水不溶物偏高则会使压裂液破胶残渣含量大，对支撑裂缝导流能力和储层造成伤害。

纤维素衍生物主要是纤维素醚，纤维素衍生物普遍存在着对盐敏感、热稳定性差、增稠能力不大等缺点，不如植物胶类应用广泛。合成聚合物主要有聚丙烯酰胺、聚丙烯酸钠及其共聚物等，是前景看好的一大类产品，是当前研究开发的热门领域。

随着石油开采技术的不断发展和开采难度的增加，例如在高温深井、矿化度高等环境中，人们对压裂液增稠剂提出更新更高的要求。目前，开发新的压裂液增稠剂的原则是降低成本及剂量，产品使用方便，与破胶剂作用后破胶彻底，不产生沉淀，不损害地层渗透性，将地层损害降低到最低限度。提高胶凝剂的耐温抗盐性。

中国专利 91111287.1 公开了题为“压裂液增稠剂”，该发明涉及一种压裂液增稠剂，适用于低渗透油气层的压裂改造作业。采用草本植物天豆粉，经乙醇、烧碱、环氧丙烷和水对其进行化学改性而成。其含残渣量明显低于目前压裂液用的植物胶田菁增稠剂，因此对地层伤害小，可获得增产效果。

但该压裂液增稠剂相比与合成聚合物增稠剂含残渣量高，耐温效果不好。

中国专利 200610040703.2 公开了题为“一种耐高温无伤害压裂液增稠剂及其制备方法和用途”，该本发明的特征是采用脂肪酸和低分子量的聚乙二醇或聚环氧丙烷酯化，或在催化下使环氧乙烷或/和环氧丙烷与长链脂肪醇、脂肪酸或脂肪胺加成，使长链疏水基和助溶链段连接；再将助溶链段的末端羟基转化为卤原子，与过量叔胺反应，或将助溶链段的末端羟基与磺化试剂反应；按重量将 1~3 份该增稠剂和 0.05~0.4 份高温稳定剂加入由 2~3 份卤盐与 100 份水配成的基液中，即得可用于油气田增产的耐高温无伤害压裂液，该方法制备较复杂。

发明内容

本发明的目的是提供一种耐温水基压裂液增稠剂及其制备方法。该方法采用工业原料丙烯酰胺、2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸与 N-乙烯基吡咯烷酮共聚，获得一种具有抗温性能的共聚物。

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、N-乙烯基吡咯烷酮，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。

本发明提供一种耐温水基压裂液增稠剂的配方的重量份配比为：

丙烯酰胺 (AM)	10 份，
2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸 (AMPS)	20-100 份，
N-乙烯基吡咯烷酮 (NVP)	2-8 份，
络合剂 EDTA（乙二胺四乙酸二钠）	0.1-1 份，
链转移剂	0.01-1 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。

本发明提供一种耐温水基压裂液增稠剂的制备方法为：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、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 EDTA、链转移剂, 温度为 30—60°C, 通 N₂ 30 分钟, 加入 N-乙烯基吡咯烷酮, 加入引发剂, 反应 4—12 小时, 得到耐温水基压裂液增稠剂; 所述的引发剂为过硫酸钾或过硫酸胺。

有益效果: 本发明所制得的耐温水基压裂液增稠剂, 无水不溶物残渣, 质量分数为 0.5% 的增稠剂, 在 170S⁻¹, 95°C 下, 连续剪切 30min, 粘度保持率在 65% 以上。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, 通过预先加入络合剂及链转移剂, 在合适的温度和引发剂下反应, 就可以得到一种耐温水基压裂液增稠剂, 制备工艺简单。

具体实施方式

实施例 1: 取 20 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸加入 15 重量份的去离子水, 然后加入重量分数为 5% 的氢氧化钠水溶液中和至 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°C 下搅拌、通 N₂30 分钟后加入 2 重量份的 N-乙烯基吡咯烷酮, 0.01 重量份的过硫酸钾, 反应 12 小时, 得到耐温水基压裂液增稠剂。

实施例 2: 取 50 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸加入 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°C 下搅拌、通 N₂30 分钟后加入 5 重量份的 N-乙烯基吡咯烷酮, 0.1 重量份的过硫酸胺, 反应 8 小时,

实施例 3: 取 100 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸加入 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°C 下搅拌、通 N₂30 分钟后加入 8 重量份的 N-乙烯基吡咯烷酮, 1 重量份的过硫酸胺, 反应 4 小时, 得到耐温水基压裂液增稠剂。

实施例 4：取 80 重量份的 2-丙烯酰胺基-2-甲基-1-丙磺酸加入 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 N₂30 分钟后加入 6 重量份的 N-乙烯基吡咯烷酮，0.5 重量份的过硫酸钾，反应 5 小时，得到耐温水基压裂液增稠剂。