



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109762546 B

(45) 授权公告日 2021.06.25

(21) 申请号 201910077838.3

C08F 220/56 (2006.01)

(22) 申请日 2019.01.28

C08F 222/38 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109762546 A

(56) 对比文件

CN 103937477 A, 2014.07.23

CN 107201140 A, 2017.09.26

(43) 申请公布日 2019.05.17

CN 103087690 A, 2013.05.08

(73) 专利权人 西南科技大学

CN 102250604 A, 2011.11.23

地址 621010 四川省绵阳市涪城区青龙大道中段59号

CN 102553501 A, 2012.07.11

CN 106833079 A, 2017.06.13

(72) 发明人 张红平 崔国栋 杨波 张亚萍

唐莘莘 刘彬瑶

CN 108587589 A, 2018.09.28

CN 102953068 A, 2013.03.06

CN 106865541 A, 2017.06.20

(74) 专利代理机构 北京远大卓悦知识产权代理

有限公司 11369

贾方等. 油田系统微胶囊缓蚀剂研究与应用进展.《中国腐蚀与防护学报》.2006, (第04期),

代理人 贾晓燕

审查员 喻丝雨

(51) Int. Cl.

C09K 8/54 (2006.01)

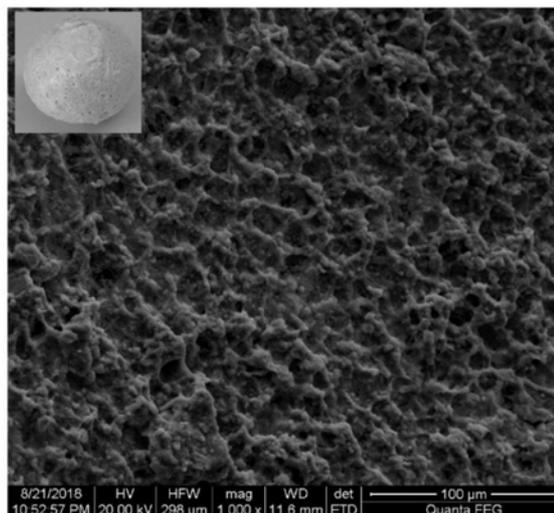
权利要求书1页 说明书9页 附图3页

(54) 发明名称

一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法,包括:取壳聚糖粉末放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水和液体缓蚀剂,在65~85℃下连续搅拌,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的30~40%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;配制丙烯酰胺水溶液,在丙烯酰胺水溶液中加入交联剂、引发剂和膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂丙烯酰胺-膨润土胶囊;本发明的膨润土作为胶囊骨架,从而大大的增加了胶囊的强度,可以在井下高温高压环境下更稳定、牢固。



1. 一种载有缓蚀剂的丙烯酸酰胺-膨润土胶囊的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末6~12份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水35~65份和液体缓蚀剂1~3份,在65~85℃下连续搅拌40~60分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的30~40%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;

步骤二、配制丙烯酸酰胺水溶液,按重量份,在35~65份丙烯酸酰胺水溶液中加入0.2~0.4份交联剂、0.002~0.008份引发剂和12~18份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸酰胺-膨润土胶囊;

所述步骤一中,壳聚糖粉末的分子量为80000~120000;

所述步骤二中,丙烯酸酰胺水溶液的浓度为10~30wt%;

所述步骤二中,在真空和高温下进行交联反应的真空度为300~600pa,温度为130~150℃,交联反应的时间为18~30小时;

所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酸酰胺、酚醛树脂、乙酸镉中的任意一种;所述引发剂为过硫酸钠、过硫酸铵中的任意一种;

所述步骤一中,将得到的缓蚀剂进行再处理,其过程为:将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理15~30min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为35~55KHz,功率为35~60W,氩气的压强为30~70Pa。

2. 如权利要求1中所述的载有缓蚀剂的丙烯酸酰胺-膨润土胶囊的制备方法,其特征在于,所述步骤二中,在真空和高温下进行交联反应的过程替换为:将混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,然后加入超临界反应装置中,在装置密封后通入二氧化碳至28~38MPa、温度100~120℃的条件下反应12~15小时,然后卸去二氧化碳压力,干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸酰胺-膨润土胶囊。

3. 如权利要求1中所述的载有缓蚀剂的丙烯酸酰胺-膨润土胶囊的制备方法,其特征在于,所述膨润土进行预处理,其过程为:配置多巴胺盐酸溶液,调节pH到8~10,然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡,避光振荡12~48小时,然后将膨润土分离,30~40℃烘干。

4. 如权利要求3中所述的载有缓蚀剂的丙烯酸酰胺-膨润土胶囊的制备方法,其特征在于,所述多巴胺盐酸溶液的浓度为3~10mg/mL;所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:5~10。

一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于复合材料制备领域,具体涉及一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法。

背景技术

[0002] 在石油工业中,二氧化碳通常被注入到储油地层中来提高石油采收率。首先二氧化碳注入油层可以保持地层压力,驱替原油到采油井;其次CO₂具有黏度小、萃取能力强、注入能力强等诸多优势。CO₂能与地下流体发生物理化学作用,产生原油体积膨胀、黏度降低和水黏度增加等现象。在一定条件下,二氧化碳可与原油混相,大幅度降低界面张力,从而提高原油采收率。然而,二氧化碳溶解在地层水中会生成酸性溶液,油井环境具有酸性、高温、高压、高盐度的特点,导致油井管道发生高腐蚀速率的全面腐蚀和严重的局部穿孔腐蚀。在油气开采过程中,腐蚀是一个十分突出的问题,腐蚀不仅破坏设备,增加维护和运行成本,影响生产,污染产品等,还常常引发重大事故,造成巨大经济损失。在石油管道和井筒中添加缓蚀剂方法简单,经济实用,使用广泛,是最佳的防腐措施之一,能够有效保护油井设备,大大延长使用寿命。过去几十年中,开发了许多应用于石油行业的液体缓蚀剂。例如咪唑啉,季铵盐,噻唑,苯并咪唑,有机磷酸盐,苯并三唑等有机物和它们的衍生物。

[0003] 近年来,无机多孔材料和高分子聚合物被广泛研究用来封装活性物质。例如膨润土, CaCO₃、TiO₂、海藻酸钠、壳聚糖、聚丙烯酰胺、二氧化硅、聚脲和微纳米胶囊等,这些负载有活性物的容器在特定的环境下释放活性物质。而对于井下防腐蚀问题,采用涂层和封装缓蚀剂方法来控制液体缓蚀剂的释放是解决抑制井下腐蚀有效措施。

发明内容

[0004] 本发明的一个目的是解决至少上述问题和/或缺陷,并提供至少后面将说明的优点。

[0005] 为了实现根据本发明的这些目的和其它优点,提供了一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末6~12份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水35~65份和液体缓蚀剂1~3份,在65~85℃下连续搅拌40~60分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的30~40%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;

[0007] 步骤二、配制丙烯酰胺水溶液,按重量份,在35~65份丙烯酰胺水溶液中加入0.2~0.4份交联剂、0.002~0.008份引发剂和12~18份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊。

[0008] 优选的是,所述步骤一中,壳聚糖的分子量为80000~120000。

[0009] 优选的是,所述步骤二中,丙烯酰胺水溶液的浓度为10~30wt%。

[0010] 优选的是,所述步骤二中,在真空和高温下进行交联反应的真空度为300~600pa,温度为130~150℃,交联反应的时间为18~30小时。

[0011] 优选的是,所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08。

[0012] 优选的是,所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺、酚醛树脂、乙酸镉中的任意一种;所述引发剂为过硫酸钠、过硫酸铵中的任意一种。

[0013] 优选的是,所述步骤一中,将得到的缓蚀剂进行再处理,其过程为:将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理15~30min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为35~55KHz,功率为35~60W,氩气的压强为30~70Pa。

[0014] 优选的是,所述步骤二中,在真空和高温下进行交联反应的过程替换为:将混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,然后加入超临界反应装置中,在装置密封后通入二氧化碳至28~38MPa、温度100~120℃的条件下反应12~15小时,然后卸去二氧化碳压力,干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊。

[0015] 优选的是,所述膨润土进行预处理,其过程为:配置多巴胺盐酸溶液,调节pH到8~10,然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡,避光振荡12~48小时,然后将膨润土分离,30~40℃烘干。

[0016] 优选的是,所述多巴胺盐酸溶液的浓度为3~10mg/mL;所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:5~10。

[0017] 本发明至少包括以下有益效果:

[0018] (1) 本发明所使用的丙烯酰胺发生交联反应形成凝胶,纯交联后的丙烯酰胺聚黏度大,但强度较差。加入膨润土后,膨润土颗粒镶嵌在凝胶中,可以作为胶囊骨架,从而大大的增加了胶囊的强度,这样胶囊可以在井下高温高压环境下更稳定、牢固。

[0019] (2) 在本发明中通过调节丙烯酰胺的含量、交联剂的含量、胶囊的厚度来控制胶囊临界破裂温度压力,使得胶囊在油井不同深度破裂释放液体缓蚀剂。

[0020] 本发明的其它优点、目标和特征将部分通过下面的说明体现,部分还将通过对本发明的研究和实践而为本领域的技术人员所理解。

附图说明:

[0021] 图1为本发明实施例1制备的载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的扫描电镜图;

[0022] 图2为纯膨润土的扫描电镜图;

[0023] 图3为交联后的聚丙烯酰胺凝胶的扫描电镜图;

[0024] 图4为P110钢表面的扫描电镜图;

[0025] 图5为经腐蚀后的P110钢表面的扫描电镜图;

[0026] 图6为本发明实施例1制备的载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的热重分析图。

具体实施方式:

[0027] 下面结合附图对本发明做进一步的详细说明,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。

[0028] 应当理解,本文所使用的诸如“具有”、“包含”以及“包括”术语并不配出一个或多个其它元件或其组合的存在或添加。

[0029] 实施例1:

[0030] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0031] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0032] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酸胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为20wt%;在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa,温度为140℃,交联反应的时间为24小时;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酸胺;所述引发剂为过硫酸钠;图6给出了该实施例制备的胶囊的TG曲线,根据热分析结果,在30~150℃,热重曲线平缓,质量损失较小,质量较小主要是胶囊中自由水的脱附。在150℃至400℃的阶段,样品质量下降较快,样品在约400℃的重量损失分别为9.94%,这主要是由于聚丙烯酰胺的分解,从热重曲线可以看出,该胶囊可以耐温150℃以上。

[0033] 实施例2:

[0034] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0035] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末10份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水60份和液体缓蚀剂3份,在75℃下连续搅拌60分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的40%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0036] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在60份丙烯酸胺水溶液中加入0.4份交联剂、0.006份引发剂和12份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为25wt%;在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa,温度为150℃,交联反应的时间为24小时;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酸胺;所述引发剂为过硫酸钠;

[0037] 实施例3:

[0038] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0039] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理30min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为40KHz,功率为50W,氩气的压强为45Pa;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0040] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酸胺水溶液中加入0.3份交

联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为20wt%;在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa,温度为140℃,交联反应的时间为24小时;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺;所述引发剂为过硫酸钠;

[0041] 实施例4:

[0042] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0043] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末10份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水60份和液体缓蚀剂3份,在75℃下连续搅拌60分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的40%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理15min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为35KHz,功率为40W,氩气的压强为60Pa;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0044] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在60份丙烯酸胺水溶液中加入0.4份交联剂、0.006份引发剂和12份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为25wt%;在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa,温度为150℃,交联反应的时间为24小时;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺;所述引发剂为过硫酸钠;

[0045] 实施例5:

[0046] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0047] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0048] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酸胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,然后加入超临界反应装置中,在装置密封后通入二氧化碳至30MPa、温度120℃的条件下反应15小时,然后卸去二氧化碳压力,干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为20wt%;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺;所述引发剂为过硫酸钠;

[0049] 实施例6:

[0050] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0051] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末10份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水60份和液体缓蚀剂3份,在75℃下连续搅拌60分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的40%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体

缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08；

[0052] 步骤二、配制丙烯酰胺水溶液，按重量份，在60份丙烯酰胺水溶液中加入0.4份交联剂、0.006份引发剂和12份膨润土，均匀混合，得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面，然后加入超临界反应装置中，在装置密封后通入二氧化碳至35MPa、温度120℃的条件下反应15小时，然后卸去二氧化碳压力，干燥，即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊；所述丙烯酰胺水溶液的浓度为25wt%；所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺；所述引发剂为过硫酸钠；

[0053] 实施例7：

[0054] 一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法，包括以下步骤：

[0055] 步骤一、按重量份，取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干，过筛去除杂质，然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份，在80℃下连续搅拌50分钟，得到混合物溶液，将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%，得到粘稠混合物，将粘稠混合物通过注射器注入球形容器，干燥固化成球状，即得到缓蚀剂；所述壳聚糖粉末的分子量为100000；所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08；

[0056] 步骤二、配制丙烯酰胺水溶液，按重量份，在50份丙烯酰胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土，均匀混合，得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面，并在真空和高温下进行交联反应，将反应产物干燥，即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊；所述丙烯酰胺水溶液的浓度为20wt%；在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa，温度为140℃，交联反应的时间为24小时；所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺；所述引发剂为过硫酸钠；所述膨润土进行预处理，其过程为：配置多巴胺盐酸溶液，调节pH到10，然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡，避光振荡48小时，然后将膨润土分离，40℃烘干；所述多巴胺盐酸溶液的浓度为6mg/mL；所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:5。

[0057] 实施例8：

[0058] 一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法，包括以下步骤：

[0059] 步骤一、按重量份，取壳聚糖粉末10份放置在烘箱中烘干，过筛去除杂质，然后加入去离子水60份和液体缓蚀剂3份，在75℃下连续搅拌60分钟，得到混合物溶液，将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的40%，得到粘稠混合物，将粘稠混合物通过注射器注入球形容器，干燥固化成球状，即得到缓蚀剂；所述壳聚糖粉末的分子量为100000；所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08；

[0060] 步骤二、配制丙烯酰胺水溶液，按重量份，在60份丙烯酰胺水溶液中加入0.4份交联剂、0.006份引发剂和12份膨润土，均匀混合，得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面，并在真空和高温下进行交联反应，将反应产物干燥，即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊；所述丙烯酰胺水溶液的浓度为25wt%；在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa，温度为150℃，交联反应的时间为24小时；所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺；所述引发剂为过硫酸钠；所述膨润土进行预处理，其过程为：配置多巴胺盐酸溶液，调节pH到9，然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡，避光振荡36小时，然后将膨润土分离，30℃烘干；所述多巴胺盐酸溶液的浓度为10mg/mL；所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:10。

[0061] 实施例9:

[0062] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0063] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理30min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为40KHz,功率为50W,氩气的压强为45Pa;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0064] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酸胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,并在真空和高温下进行交联反应,将反应产物干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为20wt%;在真空和高温下进行交联反应的真空度为500pa,温度为140℃,交联反应的时间为24小时;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酸胺;所述引发剂为过硫酸钠;所述膨润土进行预处理,其过程为:配置多巴胺盐酸溶液,调节pH到10,然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡,避光振荡48小时,然后将膨润土分离,40℃烘干;所述多巴胺盐酸溶液的浓度为6mg/mL;所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:5。

[0065] 实施例10:

[0066] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0067] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理30min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为40KHz,功率为50W,氩气的压强为45Pa;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0068] 步骤二、配制丙烯酸胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酸胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,然后加入超临界反应装置中,在装置密封后通入二氧化碳至30MPa、温度120℃的条件下反应15小时,然后卸去二氧化碳压力,干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊;所述丙烯酸胺水溶液的浓度为20wt%;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酸胺;所述引发剂为过硫酸钠;

[0069] 实施例11:

[0070] 一种载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0071] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓

蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0072] 步骤二、配制丙烯酰胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酰胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,然后加入超临界反应装置中,在装置密封后通入二氧化碳至30MPa、温度120℃的条件下反应15小时,然后卸去二氧化碳压力,干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊;所述丙烯酰胺水溶液的浓度为20wt%;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺;所述引发剂为过硫酸钠;所述膨润土进行预处理,其过程为:配置多巴胺盐酸溶液,调节pH到10,然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡,避光振荡48小时,然后将膨润土分离,40℃烘干;所述多巴胺盐酸溶液的浓度为6mg/mL;所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:5。

[0073] 实施例12:

[0074] 一种载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0075] 步骤一、按重量份,取壳聚糖粉末8份放置在烘箱中烘干,过筛去除杂质,然后加入去离子水50份和液体缓蚀剂2份,在80℃下连续搅拌50分钟,得到混合物溶液,将混合物溶液在烘箱中干燥浓缩至原体积的35%,得到粘稠混合物,将粘稠混合物通过注射器注入球形容器,干燥固化成球状,即得到缓蚀剂;将缓蚀剂置于低温等离子体处理仪中处理30min,所述低温等离子体处理仪的气氛为氩气;所述低温等离子体处理仪的频率为40KHz,功率为50W,氩气的压强为45Pa;所述壳聚糖粉末的分子量为100000;所述液体缓蚀剂为缓蚀剂FJH-08;

[0076] 步骤二、配制丙烯酰胺水溶液,按重量份,在50份丙烯酰胺水溶液中加入0.3份交联剂、0.005份引发剂和15份膨润土,均匀混合,得到的混合液涂抹在步骤一中固化的缓蚀剂表面,然后加入超临界反应装置中,在装置密封后通入二氧化碳至30MPa、温度120℃的条件下反应15小时,然后卸去二氧化碳压力,干燥,即得到载有缓蚀剂的丙烯酰胺-膨润土胶囊;所述丙烯酰胺水溶液的浓度为20wt%;所述交联剂为N,N'-亚甲基-双-丙烯酰胺;所述引发剂为过硫酸钠;所述膨润土进行预处理,其过程为:配置多巴胺盐酸溶液,调节pH到10,然后将膨润土加入多巴胺盐酸溶液中浸泡,避光振荡48小时,然后将膨润土分离,40℃烘干;所述多巴胺盐酸溶液的浓度为6mg/mL;所述膨润土与多巴胺盐酸溶液的质量比为1:5。

[0077] 表1

[0078]

	在油井深度 0 米时胶囊 中缓蚀剂释 放率(%);压 力 0.1MPa, 温度 10℃	在油井深度 500 米时胶 囊中缓蚀剂 释放率(%); 压力 5MPa, 温度 27.5℃	在油井深度 1000 米时胶 囊中缓蚀剂 释放率(%); 压力 10MPa, 温度 45℃	在油井 1500 米时胶囊中 缓蚀剂释放 率(%);压力 15MPa,温度 62.5℃	在油井 2000 米时胶囊中 缓蚀剂释放 率(%);压力 20MPa,温度 80℃
实施例 1	0	0	90	97	100
实施例 2	0	0	91	96	100
实施例 3	0	0	86	93	95
实施例 4	0	0	87	92	94
实施例 5	0	0	85	90	91
实施例 6	0	0	84	89	91
实施例 7	0	0	82	86	88
实施例 8	0	0	83	85	87
实施例 9	0	0	78	80	83
实施例 10	0	0	80	82	85
实施例 11	0	0	76	78	80
实施例 12	0	0	70	74	76

[0079] 表1示出了实施例1~12制备的载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊在不同油井深度时的缓蚀剂的释放率,其中,随着油井深度的增加,释放率逐渐增大,并且采用实施例3~4的制备过程,在步骤一中采用低温等离子体对缓蚀剂进行处理后,改变了缓蚀剂表面性能,提高了其与丙烯酸胺和膨润土的反应活性,在油井深度增加时,其释放率降低,说明该实施例3~4制备的载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊可以在更深的油井中进行使用;同时采用实施例5~6的制备过程,在步骤二中采用在超临界反应装置中进行反应,提高了缓蚀剂与丙烯酸胺及膨润土的反应结合率,使制备的载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的强度进一步提高,在油井深度增加时,其释放率降低,说明该实施例5~6制备的载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊可以在更深的油井中进行使用;同时采用实施例7~8的制备过程,对膨润土进行预处理,提高了其与丙烯酸胺和缓蚀剂的结合,使制备的载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊的强度进一步提高,在油井深度增加时,其释放率降低,说明该实施例7~8制备的载有缓蚀剂的丙烯酸胺-膨润土胶囊可以在更深的油井中进行使用。

[0080] 为了验证本发明中采用的液体缓蚀剂FJH-08的缓蚀效果,采用以下实验:在80℃下,在8wt.%NaCl的CO₂饱和水溶液中不存在(空白对照)和存在FJH-08的情况下P110钢的重量损失测量;结果如表2所示;

[0081] 表2

FJH 缓蚀剂	浓度 (mg/L)	腐蚀速率 (mm/year)	缓蚀率 (%)
空白对照	0	1.46	--
FJH-08	30	0.679	53.47
	50	0.328	77.53
	80	0.182	87.53
	100	0.124	91.52

[0083] 表2显示了通过重量损失实验的FJH-08抑制剂的腐蚀速率(CR)和缓蚀率。加入FJH-08后腐蚀速率显著降低。缓蚀率随着FJH-08浓度的增加而增加。当浓度达到100mg/L时,缓蚀率超过90%。表2表明,增加抑制剂浓度导致P110钢表面的表面覆盖率增加,如图4~5所示。这一发现归因于FJH分子在P110钢表面上的吸附,从而防止了P110钢与腐蚀性介质之间的接触。

[0084] 尽管本发明的实施方案已公开如上,但其并不仅仅限于说明书和实施方式中所列运用,它完全可以被适用于各种适合本发明的领域,对于熟悉本领域的人员而言,可容易地实现另外的修改,因此在不背离权利要求及等同范围所限定的一般概念下,本发明并不限于特定的细节和这里示出与描述的图例。

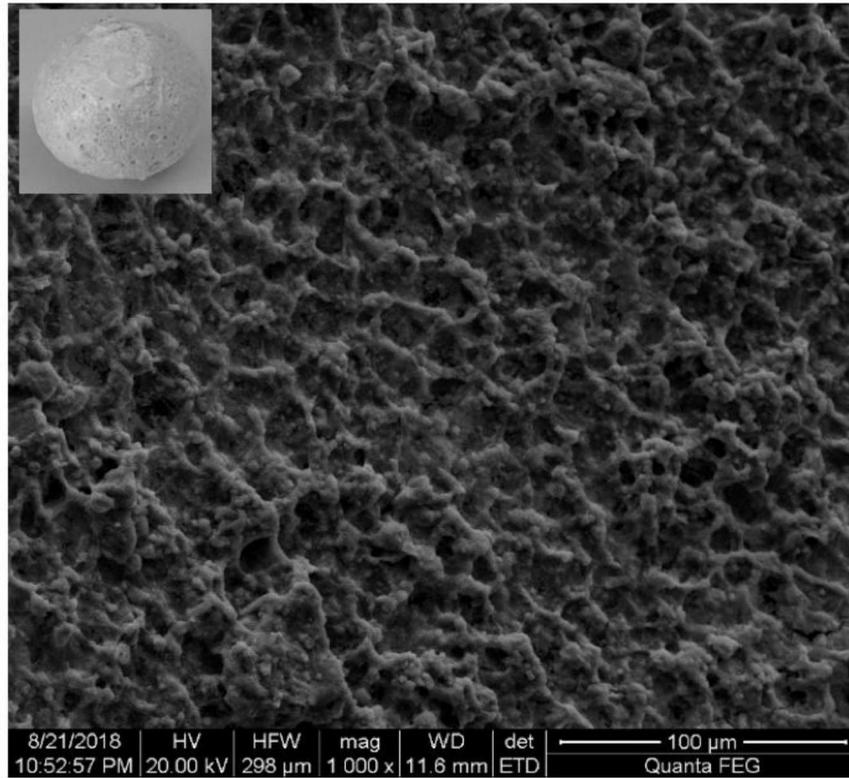


图1

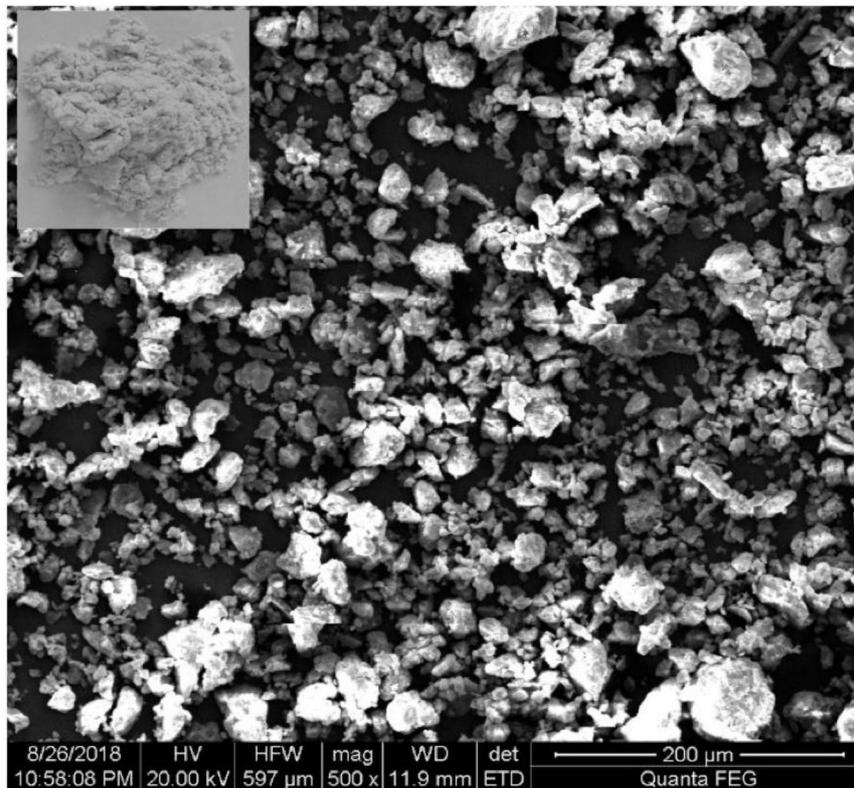


图2

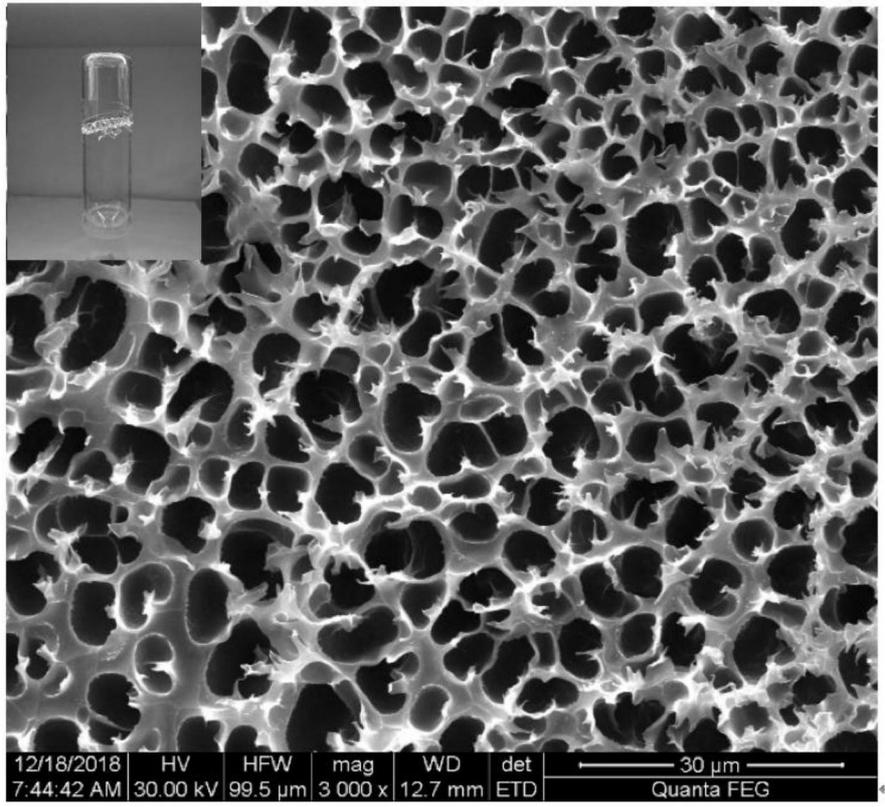


图3

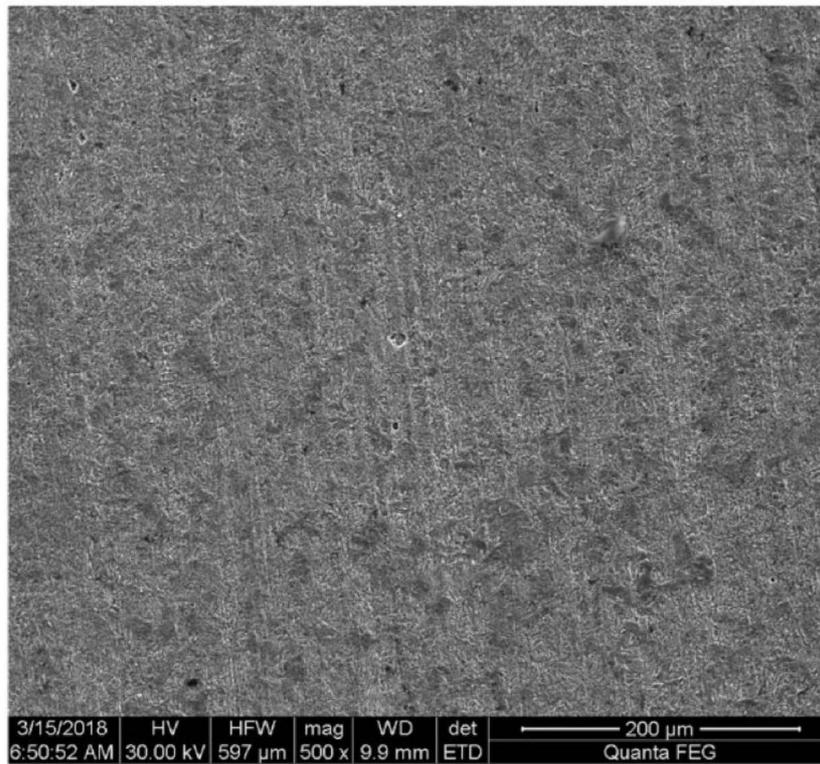


图4

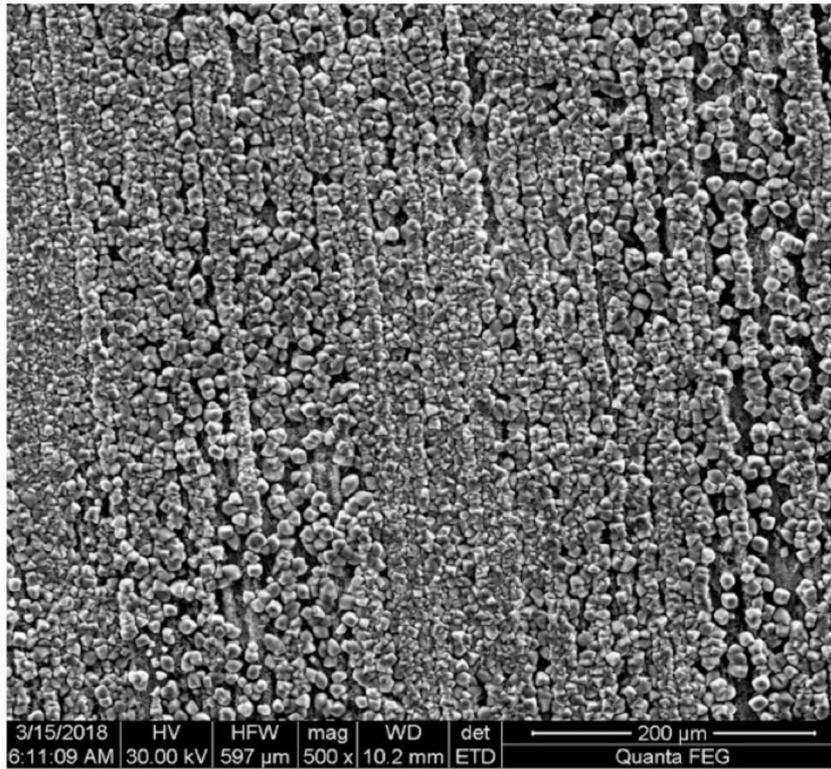


图5

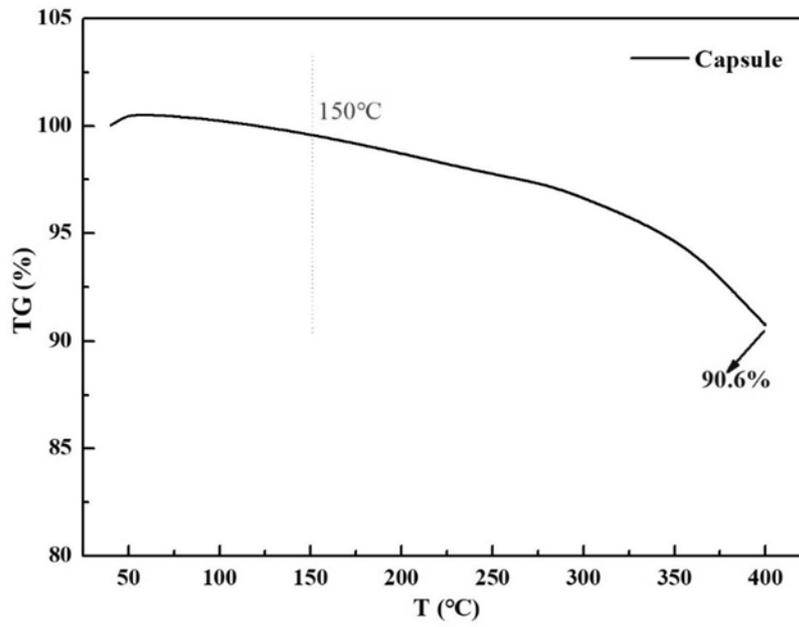


图6