



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102660246 B

(45) 授权公告日 2014. 11. 05

(21) 申请号 201210129925. 7

(22) 申请日 2012. 04. 28

(73) 专利权人 武汉工程大学

地址 430074 湖北省武汉市洪山区雄楚大街  
693 号

(72) 发明人 黄齐茂 苏志雄 潘志权 李露露

(74) 专利代理机构 湖北武汉永嘉专利代理有限  
公司 42102

代理人 崔友明

US 4232740 A, 1980. 11. 11,

CN 1640981 A, 2005. 07. 20,

CN 101563436 A, 2009. 10. 21,

CN 101654615 A, 2010. 02. 24,

CN 101665686 A, 2010. 03. 10,

CN 101666225 A, 2010. 03. 10,

CN 101665687 A, 2010. 03. 10,

肖卫东等. 环氧树脂胺类固化剂的改性. 《胶  
体与聚合物》. 2001, 第 19 卷 (第 2 期),

审查员 汪婧

(51) Int. Cl.

C09K 8/56 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101747882 A, 2010. 06. 23,

GB 1021528 A, 1966. 03. 02,

US 3478824 A, 1969. 11. 18,

US 5273666 A, 1993. 12. 28,

WO 0183942 A1, 2001. 11. 08,

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

中低温油藏防砂用覆膜砂及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种中低温油藏防砂用覆膜砂及其制备方法,包括有以下步骤:1)将 40~50 份的环氧树脂和 12~25 份的溶剂混合均匀,配制成溶液;2)将 2~4 份酮亚胺固化剂加入到溶液中混合均匀;3)将 1.6~2.2 份的偶联剂和 1000 份的石英砂混合均匀;4)将溶液加入到石英砂中,混合均匀;5)将预包裹砂分散开,晾置待包裹砂彻底干燥后,将其碾散,装袋密封保存。本发明制备覆膜砂所需固砂剂用量少,药剂成本低,将易挥发并有刺激性气味的多元胺固化剂进行改性为无异味、易于储存的潜伏性固化剂,此覆膜砂制备工艺简单,无需制备后即使用,在干燥处可长期存放,具有良好的耐温、耐老化和耐腐蚀性,固结砂心强度高,渗透性好。

1. 中低温油藏防砂用覆膜砂,其特征在于由以下组分经混合制备而成,其中  
石英砂 1000 份;偶联剂 1.6~2.2 份;环氧树脂 40~50 份;溶剂 12~25 份;酮亚胺固化剂 2~4 份,以上均为重量份计,所述的酮亚胺固化剂的制备方法是:将多元胺和酮按照摩尔比为 1:1.2~2 加热反应,脱水缩合,除去反应中产生的水即可,所述的酮为甲乙酮、甲基异丙基酮或甲基异丁基酮,所述的多元胺为二亚乙基三胺、间苯二胺、间苯二甲胺、1,3-二(氨甲基)环己烷、乙二胺或己二胺,所述的环氧树脂为双酚 A 型环氧树脂包括 E-51、E-44、E-42、E-20 中的任意一种或它们的混合,所述的溶剂为乙醇、丙酮中的任意一种或它们的混合。

2. 按权利要求 1 所述的中低温油藏防砂用覆膜砂,其特征在于所述的偶联剂为硅烷偶联剂,其选自 KH-550、KH-560、KH-570、KH-792、DL-602 和 DL-171 中的任意一种或它们的混合。

3. 按权利要求 1 所述的中低温油藏防砂用覆膜砂,其特征在于所述的石英砂粒径为 0.4~1.0mm。

4. 权利要求 1 所述的低温油藏防砂用覆膜砂的制备方法,包括有以下步骤:

1) 将 40~50 份的环氧树脂和 12~25 份的溶剂混合均匀,配制成溶液;

2) 将 2~4 份酮亚胺固化剂加入到步骤 1) 所述溶液中混合均匀,放置备用;所述的酮亚胺固化剂的制备方法是:将多元胺和酮按照摩尔比为 1:1.2~2 加热反应,脱水缩合,除去反应中产生的水即可;

3) 将 1.6~2.2 份的偶联剂和 1000 份的石英砂混合均匀;

4) 将步骤 2) 中的溶液加入到步骤 3) 所得处理后的石英砂中,混合均匀,即得到预包裹砂;

5) 将步骤 4) 制备的预包裹砂分散开,晾置待包裹砂彻底干燥后,将其碾散,装袋密封保存。

## 中低温油藏防砂用覆膜砂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及油田化学用剂领域,特别是涉及一种中低温油藏防砂用覆膜砂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 目前,随着孤岛油田开发的逐渐深入、油田深入挖潜和扩边,由于开采强度的逐渐加大,出砂情况日趋严重。

[0003] 防砂工艺技术是油田开发的基础工程之一,油田能否保持长期稳定的开发,防砂工艺技术的发展发挥着至关重要的作用。

[0004] 化学防砂是一种以“固砂”为指导思想的防砂技术,从地层的本质出发,从根本上控制地层的出砂。它是利用一些化学药剂把地层中的砂胶结起来,防止地层砂运移或者是形成一种只能水或烃类可以通过的具有一定强度和较高渗透率的过滤屏障,达到控制出砂的目的。

[0005] 该防砂方法主要有两种类型:第一种是将固砂剂注入到出砂的地层中,通过固化反应把松散的颗粒胶结起来;第二种是将覆膜砂填充到出砂的地层中,在地层中固化后形成滤砂体系。由于第二种方法较第一种方法简单并且容易控制,各油田主要采用第二种防砂方法。

[0006] 化学类防砂工艺具有以下优点:

[0007] ①适合于细粉砂油层防砂;

[0008] ②不需要套洗和打捞等工序,后期处理容易;

[0009] ③施工后在井筒中无残留工具,有利于层系调整和多层次完井作业;

[0010] ④施工简单安全,成功率高,渗透率恢复高。

[0011] 目前,我国油田应用的树脂覆膜砂,不易存放,与机械防砂相比成本相对较高。因此,开发强度高,价格低的化学防砂剂对疏松砂岩的开发意义重大。

### 发明内容

[0012] 本发明所要解决的问题在于提供一种中低温油藏防砂用覆膜砂,其可长期存放,能在水下使用,强度较高,药剂用量少,成本低,抗冲刷性好,耐高温性好。

[0013] 本发明的另一个目的是提供一种制备工艺简单的中低温油藏防砂用覆膜砂的制备方法。

[0014] 本发明为解决上述技术问题所采取的方案为:中低温油藏防砂用覆膜砂,其特征在于包括有以下组分经混合制备而成,其中

[0015] 石英砂 1000 份;偶联剂 1.6~2.2 份;环氧树脂 40~50 份;溶剂 12~25 份;酮亚胺固化剂 2~4 份,以上均为重量份计。

[0016] 按上述方案,所述的酮亚胺固化剂的制备方法是:将多元胺和酮按照摩尔比为 1:1.2~2 加热反应,脱水缩合,除去反应中产生的水即可。

[0017] 按上述方案,所述的酮为甲乙酮、甲基异丙基酮或甲基异丁基酮。

[0018] 按上述方案,所述的多元胺为二亚乙基三胺、间苯二胺、间苯二甲胺、1,3-二(氨基甲基)环己烷、乙二胺或己二胺。

[0019] 按上述方案,所述的环氧树脂为双份 A 型环氧树脂包括 E-51、E-44、E-42、E-20 中的任意一种或它们的混合。

[0020] 按上述方案,所述的偶联剂为硅烷偶联剂包括 KH-550、KH-560、KH-570、KH-792、DL-602 和 DL-171 中的任意一种或它们的混合。

[0021] 按上述方案,所述的溶剂为乙醇、丙酮中的任意一种或它们的混合。

[0022] 按上述方案,所述的石英砂粒径为 0.4~1.0mm。

[0023] 本发明中制备方法所采用的技术方案是:中低温油藏防砂用覆膜砂的制备方法,包括有以下步骤:

[0024] 1) 将 40~50 份的环氧树脂和 12~25 份的溶剂混合均匀,配制成溶液;

[0025] 2) 将 2~4 份酮亚胺固化剂加入到步骤 1) 所述溶液中混合均匀,放置备用;

[0026] 3) 将 1.6~2.2 份的偶联剂和 1000 份的石英砂混合均匀;

[0027] 4) 将步骤 2) 中的溶液加入到步骤 3) 所得处理后的石英砂中,混合均匀,即得到预包裹砂;

[0028] 5) 将步骤 4) 制备的预包裹砂分散开,晾置待包裹砂彻底干燥后,将其碾散,装袋密封保存。

[0029] 按上述方案,所述的酮亚胺固化剂的制备方法是:将多元胺和酮按照摩尔比为 1:1.2~2 加热反应,脱水缩合,除去反应中产生的水即可。

[0030] 使用时将上述步骤中的覆膜砂填充到一端装有胶塞并注有自来水的玻璃管中,在中低温度下(如 60°C),酮亚胺水解释放出胺类固化剂和环氧树脂发生交联反应形成三维立体网状结构,固化 2 天后即得固结岩心。

[0031] 本发明制备覆膜砂所需固砂剂用量少,药剂成本低,将易挥发并有刺激性气味的多元胺固化剂进行改性为无异味、易于储存的潜伏性固化剂,此覆膜砂制备工艺简单,无需制备后即使用,在干燥处可长期存放(可达 3 个月),具有良好的耐温、耐老化和耐腐蚀性,固结砂心强度高,渗透性好。

## 具体实施方式

[0032] 下面结合实施例对本发明作进一步说明。

[0033] 实施例 1

[0034] 1. 固化剂的制备

[0035] 将摩尔比为 1:2 的乙二胺和甲基异丙基酮加入到装有分水器(装有回流冷凝装置),温度计和搅拌装置的四口反应瓶中,在分水器中恰好加满甲基异丙基酮,搅拌升温,将温度升至 85°C 时,反应开始回流,回流一段时间后,继续升温至 120°C 将过量的甲基异丙基酮蒸出即得产物。产物为淡黄色透明液体。

[0036] 2. 覆膜砂的制备

[0037] 将 45 份环氧树脂(E-51:E-20=1:3)和 20 份乙醇混合均匀,配成溶液;

[0038] 然后将制备好的 2 份上述固化剂加入到上述溶液中,混合均匀;

[0039] 将 2 份 KH-550 加入到 1000 份石英砂中在搅拌器内搅拌均匀,然后将上一步配制的溶液加入到搅拌器内和砂混合均匀;

[0040] 将上述预包裹砂在通风干燥处散开,晾置,待包裹砂彻底干燥后将其碾散,装袋密封保存。

[0041] 3. 固结岩心的制备

[0042] 将覆膜砂填充到一端装有带孔胶塞的玻璃管中在 60℃ 下水下固化 2 天后即得固结岩心。

[0043] 4. 覆膜砂固结岩心性能考察

[0044] 覆膜砂放置 2 个月后,其固结岩心抗压强度和抗折强度分别为 6.4~8.1MPa 和 4.1~5.2MPa。用渗透率仪测得上述固结岩心的渗透率为 6.32~8.52 $\mu\text{m}^2$ 。将固结岩心放入马弗炉中 280℃ 烘烤 24 小时其抗压强度仍有 3.8~4.4MPa。放置 2 个月后的固结岩心在 60℃ 下经不同介质浸泡 15 天后其耐介质性如下表 1。

[0045] 表 1 耐介质实验

[0046]

介质	清水	地层水	1%HCl	5%HCl	1%NaOH	5%NaOH	饱和 NaCl	柴油
浸泡前抗压强度(MPa)	7.5	6.9	7.3	6.7	6.8	8.1	6.4	7.7
浸泡后抗压强度(MPa)	7.8	7.7	7.1	6.1	5.9	2.4	7.2	8.2

[0047] 实施例 2

[0048] 1. 固化剂的制备

[0049] 将摩尔比为 1:1.4 的间苯二甲胺和甲基异丙基酮加入到装有分水器(装有回流冷凝装置),温度计和搅拌装置的四口反应瓶中,在分水器中恰好加满甲基异丙基酮,搅拌升温,将温度升至 90℃,反应开始回流,回流一段时间后,继续升温至 120℃ 将过量的甲基异丙基酮蒸出即得产物。产物为黄色澄清液体。

[0050] 2. 覆膜砂的制备

[0051] 将 40 份环氧树脂 E-20 和 15 份丙酮混合均匀,配成溶液;

[0052] 然后将制备好的 4 份上述固化剂加入到上述溶液中,混合均匀;

[0053] 将 1.6 份 KH-560 加入到 1000 份石英砂中在搅拌器内搅拌均匀,然后将上一步配制的溶液加入到搅拌器内和砂混合均匀;

[0054] 将上述预包裹砂在通风干燥处散开,晾置,待包裹砂彻底干燥后将其碾散,装袋密封保存;

[0055] 3. 固结岩心的制备

[0056] 将覆膜砂填充到一端装有带孔胶塞的玻璃管中在 60℃ 下水下固化 2 天后即得固结岩心。

[0057] 4. 覆膜砂固结岩心性能考察

[0058] 覆膜砂放置 2 个月后,其固结岩心抗压强度和抗折强度分别为 7.2~9.3MPa 和 4.5~6.1MPa。用渗透率仪测得上述固结岩心的渗透率为 4.56~6.13 $\mu\text{m}^2$ 。将固结岩心放入马弗炉中 280℃ 烘烤 2 天其抗压强度仍有 4.3~5.1MPa。放置 2 个月后的固结岩心在 60℃ 下经不同介质浸泡 15 天后其耐介质性如下表 2。

[0059] 表 2 耐介质实验

[0060]

介质	清水	地层水	1%HCl	5%HCl	1%NaOH	5%NaOH	饱和 NaCl	柴油
浸泡前抗压强度(MPa)	7.2	8.7	7.4	8.7	8.2	7.6	9.1	9.3
浸泡后抗压强度(MPa)	7.5	9.6	7.0	7.2	7.5	3.2	10.6	9.6

## [0061] 实施例 3

## [0062] 1. 固化剂的制备

[0063] 将摩尔比为 1:2 的己二胺和甲基异丁基酮加入到装有分水器(装有回流冷凝装置),温度计和搅拌装置的四口反应瓶中,在分水器中恰好加满甲基异丙基酮,搅拌升温,将温度升至 85℃时,反应开始回流,回流一段时间后,继续升温至 120℃将过量的甲基异丙基酮蒸出即得产物。产物为淡黄色透明液体。

## [0064] 2. 覆膜砂的制备

[0065] 将 50 份环氧树脂 E-20 和 25 份混合溶剂(按质量比为乙醇:丙酮=1:1)混合均匀,配成溶液;

[0066] 然后将制备好的 4 份上述固化剂加入到上述溶液中,混合均匀;

[0067] 将 2.2 份混合偶联剂(按质量比为 KH-550:KH-560=1:1)加入到 1000 份石英砂中在搅拌器内搅拌均匀,然后将上一步配制的溶液加入到搅拌器内和砂混合均匀;

[0068] 将上述预包裹砂在通风干燥处散开,晾置,待包裹砂彻底干燥后将其碾散,装袋密封保存。

## [0069] 3. 固结岩心的制备

[0070] 将覆膜砂填充到一端装有带孔胶塞的玻璃管中在 60℃下水下固化 2 天后即得固结岩心。

## [0071] 4. 覆膜砂固结岩心性能考察

[0072] 覆膜砂放置 2 个月后,其固结岩心抗压强度和抗折强度分别为 7.8~10.1MPa 和 4.8~6.3MPa。用渗透率仪测得上述固结岩心的渗透率为 4.16~5.72  $\mu\text{m}^2$ 。将固结岩心放入马弗炉中 280℃烘烤 24 小时其抗压强度仍有 4.8~5.7MPa。放置 2 个月后的固结岩心在 60℃下经不同介质浸泡 15 天后其耐介质性如下表 3。

## [0073] 表 3 耐介质实验

## [0074]

介质	清水	地层水	1%HCl	5%HCl	1%NaOH	5%NaOH	饱和 NaCl	柴油
浸泡前抗压强度(MPa)	7.8	8.2	9.1	8.9	9.4	10.1	8.8	9.6
浸泡后抗压强度(MPa)	8.0	9.1	8.4	7.1	8.6	5.3	9.7	9.9