



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103772698 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 07

(21) 申请号 201210412586. 3

C09K 8/035(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 10. 25

(71) 申请人 中国石油化工股份有限公司

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22 号

申请人 中国石油化工股份有限公司上海石
油化工研究院

(72) 发明人 高磊 沈之芹 李应成 何秀娟

(51) Int. Cl.

C08G 65/48(2006. 01)

C08G 65/40(2006. 01)

C07C 59/70(2006. 01)

C07C 51/41(2006. 01)

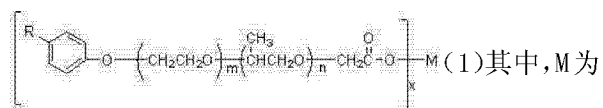
权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

烷基酚醚羧酸盐及其制备方法

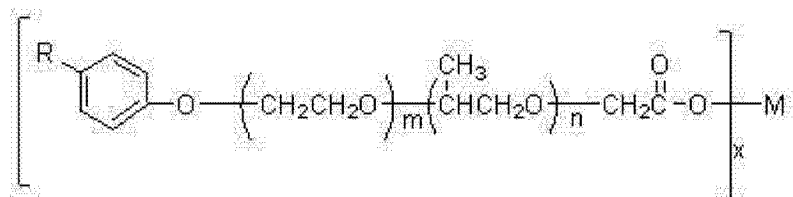
(57) 摘要

本发明涉及一种烷基酚醚羧酸盐及其制备方法,主要解决现有技术中油基钻井液乳化剂乳化性能差,不耐盐、不耐温的问题,本发明通过采用分子通式为(1)的烷基酚醚羧酸盐:



选自钙、镁、钡、锌、铝、或铁中的任意一种离子, R 为 $\text{C}_8 \sim \text{C}_{20}$ 的烷基, m 为乙氧基团 EO 的加合数,其取值范围为 0 ~ 10 中的任意一个整数, n 为丙氧基团 PO 的加合数,其取值范围为 0 ~ 30 中的任意一个整数, x 取值范围为 1 ~ 3 中任意一个整数的技术方案,较好地解决了该问题,可用于油基钻井液乳化剂生产中。

1. 一种烷基酚醚羧酸盐,其分子通式为:



其中:M为选自钙、镁、钡、锌、铝、或铁中的任意一种离子,R为 $C_8 \sim C_{20}$ 的烷基,m为乙氧基团EO的加合数,其取值范围为 $0 \sim 10$ 中的任意整数,n为丙氧基团PO的加合数,其取值范围为 $0 \sim 30$ 中的任意整数,x取值范围为 $1 \sim 3$ 中任意整数。

2. 根据权利要求1所述的烷基酚醚羧酸盐,其特征在于所述离子M为钙、镁或锌。
3. 根据权利要求1所述的烷基酚醚羧酸盐,其特征在于所述的R为 $C_8 \sim C_{16}$ 的烷基。
4. 根据权利要求1所述的烷基酚醚羧酸盐,其特征在于所述的m为 $1 \sim 6$ 中的任意整数。
5. 根据权利要求1所述的烷基酚醚羧酸盐,其特征在于所述的n为 $1 \sim 25$ 中的任意整数。
6. 根据权利要求1所述的烷基酚醚羧酸盐,其特征在于所述的x为1或2。
7. 权利要求1所述的烷基酚醚羧酸盐的制备方法,包括以下步骤:

(a) 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚的制备:

将烷基酚和环氧乙烷、环氧丙烷按所需配比在反应温度为 $85 \sim 160^\circ\text{C}$,压力小于 0.80MPa 表压条件下,碱性化合物为催化剂,反应得烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚;其中碱性化合物为氧化钙、氢氧化钙或氧化镁,烷基酚与环氧乙烷、环氧丙烷的摩尔比为 $1:1 \sim 30:1 \sim 50$,催化剂用量为烷基酚质量的 $1.0 \sim 8.0\%$;

(b) 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸的制备:

将步骤(a)所合成的烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚按所需配比与氯乙酸钠、碱性化合物混合,以甲苯或苯为溶剂,在反应温度 $60 \sim 120^\circ\text{C}$,反应 $3 \sim 15$ 小时,反应结束后经后处理得烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸;其中,碱性化合物为氢氧化钠或氢氧化钾,烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、氯乙酸钠和碱性化合物的摩尔比为 $1:1 \sim 4:1 \sim 5$;

(c) 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸盐的制备

将步骤(b)所合成的烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸按所需配比和水、乙醇、碱性化合物分别加入反应釜中,在反应温度为 $50 \sim 120^\circ\text{C}$,反应时间为 $0.5 \sim 5$ 小时,反应得烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸盐;其中碱性化合物为氢氧化钙或氧化钙,烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸与氢氧化物或氧化物的摩尔比为 $1.5 \sim 3:1$,水占反应总物料的质量百分比为 $30 \sim 80\%$,乙醇占反应总物料的质量百分比为 $20 \sim 60\%$ 。

8. 根据权利要求7所述的烷基酚醚羧酸盐的制备方法,其特征在于,步骤a)中烷基酚与环氧乙烷、环氧丙烷的摩尔比为 $1:1 \sim 20:1 \sim 30$,催化剂用量为烷基酚质量的 $1.0 \sim 5.0\%$ 。

9. 根据权利要求7所述的烷基酚醚羧酸盐的制备方法,其特征在于,步骤b)中烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、氯乙酸钠和碱性化合物的摩尔比为1 : 2 ~ 3 : 2 ~ 4。

10. 根据权利要求7所述的烷基酚醚羧酸盐的制备方法,其特征在于,步骤c)中烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸与氢氧化物或氧化物的摩尔比为2 ~ 3 : 1,水占反应总物料的质量百分比为40 ~ 60%,乙醇占反应总物料的质量百分比为30 ~ 50%。

烷基酚醚羧酸盐及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种烷基酚醚羧酸盐及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着石油储量的不断减少且开采困难,世界各国纷纷加大了对深部地层油气资源勘探开发的投入,开发新的油藏已经成为当今各大石油公司发展的迫切要求。我国待探明的油气资源主要分布在塔里木、准噶尔、柴达木、吐哈、四川等盆地,其资源量的 73% 埋藏在深层,且地下条件异常复杂,因此深井和超深井油气钻探及配套的开发技术已成为制约油气资源开发的关键因素。随着地层深度的增加,深井、超深井的地层温度也会越来越高,地层的高温环境给钻井液能否维持稳定的性能带来了极大的挑战。

[0003] 钻井液作为钻井工程的重要组成部分,其性能直接关系到深井、超深井的钻井质量、钻井成本和钻井周期。相对于水基钻井液,油基钻井液具有较强的防塌抑制性、润滑性和良好的储层保护性能,尤其可满足强水敏及高温、超高温地层,或者需要钻大位移特殊井及海上水平井等特殊转钻井需要。油基钻井液,又称油包水钻井液,是由油、水、乳化剂、降滤失剂、活度平衡剂、流型调节剂等组成。通常使用的油包水钻井液含水量在 5 ~ 30 % 之间(含水量在 5% 以内的一般叫做全油基钻井液,不称为油包水钻井液),但抗高温达 180℃ 以上的油包水钻井液中水的含量一般在 5 ~ 10 %,很少超过 15%。水的含量增大,携屑性、降滤失性和悬浮性、流变性都变好,但热稳定性和电稳定性都变差,如 CN1660958 报道了一种合成基钻井液,使用的主乳化剂为脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸铵和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,尽管在 150℃ 老化 16 小时后仍有良好的流变性和破乳电压,水含量最高为 25%,但更高温度和水含量下的性能未见报道。油基钻井液由于基液以油为主,因此价格昂贵,成本高,全油基钻井液更是如此,如 CN101215461 报道了一种全油合成基钻井液,使用的乳化剂为长碳链脂肪酸酰胺、长碳链烷基苯磺酸钙、聚烯烃羧酸酯中的一种或多种的混合物,尽管具有低毒、环保、对储层伤害小等优点,但其制备成本高,限制了其推广使用。

[0004] 目前市场上提供用作油基钻井液乳化剂的品种较少,而报道用于强化采油用的乳化剂品种相对较多,如 US4545912 、CN100531884 等报道了双尾链聚氧乙烯磺酸盐、烷基芳基聚氧乙烯醚阴离子表面活性剂在强化采油方面的应用,但未涉及到其在钻井液乳化剂方面的用途。

[0005] 油基钻井液由于受到成本、环保要求的限制一直发展比较缓慢,应用的区块也较少,随着现有油田储量日益下降,并且新探区的开采会遇到各种复杂地层及环境,急需进行满足制备稳定高效油基钻井液用乳化剂的研究,以解决油基钻井液乳化剂品种少,乳化性能差,不耐盐、不耐温的问题,通过提高油基钻井液中水的比例达到降低油基钻井液的成本问题,为广泛应用油基钻井液作业提供技术支撑。

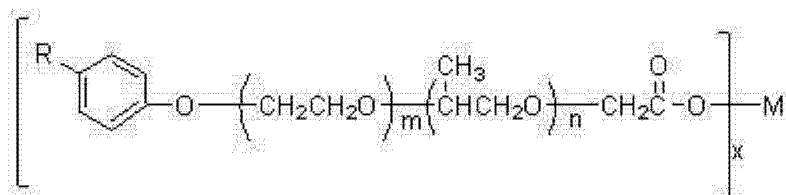
[0006] 发明所述的正是这种高含水量情况下,适合于制备稳定高效油基钻井液用的乳化剂及其制备方法。

发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题之一是现有技术中油基钻井液乳化剂品种少, 乳化性能差, 不耐盐、不耐温的问题, 提供一种新的烷基酚醚羧酸盐。该烷基酚醚羧酸盐具有油溶性好、乳化性好、抗温抗盐、制备简单等优点。

[0008] 本发明所要解决的技术问题之二是提供一种与解决技术问题之一相对应的烷基酚醚羧酸盐的制备方法。

[0009] 为了解决上述技术问题之一, 本发明采用的技术方案如下: 一种烷基酚醚羧酸盐, 其分子通式为:



其中: M 为选自钙、镁、钡、锌、铝、或铁中的任意一种离子, R 为 $\text{C}_8 \sim \text{C}_{20}$ 的烷基, m 为乙氧基团 EO 的加合数, 其取值范围为 $0 \sim 10$ 中的任意整数, n 为丙氧基团 PO 的加合数, 其取值范围为 $0 \sim 30$ 中的任意整数, x 取值范围为 $1 \sim 3$ 中任意整数。

[0010] 上述技术方案中, M 优选方案为钙、镁、锌或铝, 更优选方案为选自钙或锌; R 优选方案为 $\text{C}_8 \sim \text{C}_{16}$ 的烷基, m 为乙氧基团 EO 的加合数, 其取值优选范围为 $1 \sim 5$ 中的任意整数, n 为丙氧基团 PO 的加合数, 其取值优选范围为 $5 \sim 25$ 中的任意整数, x 优选方案为 1 或 2。

[0011] 为解决上述技术问题之二, 本发明所采用的技术方案如下: 一种烷基酚醚羧酸盐的制备方法, 包括以下步骤:

(a) 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚的制备:

将烷基酚和环氧乙烷、环氧丙烷按所需配比在反应温度为 $85 \sim 160^\circ\text{C}$, 压力小于 0.80MPa 表压条件下, 碱性化合物为催化剂, 反应得烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚; 其中碱性化合物为氧化钙、氢氧化钙、氧化镁等, 烷基酚与环氧乙烷、环氧丙烷的摩尔比为 $1:1 \sim 30:1 \sim 50$, 催化剂用量为烷基酚质量的 $1.0 \sim 8.0\%$;

(b) 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸的制备:

将步骤 (a) 所合成的烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚按所需配比与氯乙酸钠、碱性化合物混合, 以甲苯或苯为溶剂, 在反应温度 $60 \sim 120^\circ\text{C}$, 反应 $3 \sim 15$ 小时, 反应结束后经后处理得烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸。其中, 碱性化合物为氢氧化钠、氢氧化钾等, 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、氯乙酸钠和碱性化合物的摩尔比为 $1:1 \sim 4:1 \sim 5$;

(c) 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸盐的制备

将步骤 (b) 所合成的烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸按所需配比和水、乙醇、碱性化合物分别加入反应釜中, 在反应温度为 $50 \sim 120^\circ\text{C}$, 反应时间为 $0.5 \sim 5$ 小时, 反应得烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸盐; 其中碱性化合物为氢氧化钙、氧化钙等, 烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸与氢氧化物或氧化物的摩尔比为 $1.5 \sim 3:1$, 水占反应总物料的质量百分比为 $30 \sim 80\%$, 乙醇占反应总物料的质量百分比为 $20 \sim 60\%$ 。

[0012] 上述技术方案中, (a) 步骤中的反应温度优选范围为 $120 \sim 160^\circ\text{C}$, 压力优选范围为 $0.30 \sim 0.60\text{MPa}$ 表压; 烷基酚与环氧乙烷、环氧丙烷的摩尔优选比为 $1:1 \sim 5:5 \sim 35$, 催

化剂用量优选为烷基酚质量的 2.5 ~ 5.0%；(b) 步骤中烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、氯乙酸钠、碱性化合物的摩尔比优选为 1 : 1 ~ 3 : 1 ~ 4, 反应温度优选范围为 70 ~ 110℃, 反应时间优选为 5 ~ 12 小时；(c) 步骤中烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸与碱性化合物的摩尔比优选为 1.8 ~ 2.5 : 1, 水占反应总物料的质量百分比优选为 50 ~ 70%, 乙醇占反应总物料的质量百分比优选为 20 ~ 50%, 反应温度优选为 60 ~ 90℃, 反应时间优选为 1 ~ 3 小时。

[0013] 步骤 a) 中烷基酚与环氧乙烷、环氧丙烷的摩尔比优选范围为 1 : 1 ~ 20 : 1 ~ 30, 催化剂用量为烷基酚质量的 1.0 ~ 5.0 %。步骤 b) 中烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、氯乙酸钠和碱性化合物的摩尔比优选范围为 1 : 2 ~ 3 : 2 ~ 4。步骤 c) 中烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚羧酸与氢氧化物或氧化物的摩尔比优选范围为 2 ~ 3 : 1, 水占反应总物料的质量百分比为 40 ~ 60%, 乙醇占反应总物料的质量百分比优选范围为 30 ~ 50%。

[0014] 本发明制备的烷基酚醚羧酸盐, 由于其分子结构中同时含有聚氧乙烯、聚氧丙烯非离子基团和羧酸根阴离子基团, 使其兼具阴离子表面活性剂的耐温性能和非离子表面活性剂的耐盐优点, 作为高温高盐地层的油基钻井液用乳化剂, 取得了较好的技术效果。

[0015] 下面通过实施例对本发明作进一步阐述。

[0016]

具体实施方式

[0017] 【实施例 1】

(a) 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(m=2, n=10)的合成

向装有冷凝装置、搅拌装置和气体分散器的反应器中加入 110 克壬基酚和 1.5 克的氧化钙催化剂, 边通氮气边加热至 135℃时, 加入壬基酚重量 10% 的水, 搅拌反应 1 小时。然后先常压蒸水, 后减压在 20 毫米汞柱真空下, 于 140℃抽真空 20 分钟蒸除水分, 将该溶液降温至 80℃, 慢慢滴加中和催化剂理论酸量 20% 的浓硫酸, 将体系温度加热至 85 ~ 90℃, 开启真空系统, 在高真空下脱水 1 小时, 用氮气吹扫 3 ~ 4 次以除去体系中的空气, 然后将体系反应温度调至 150℃缓缓通入 45 克环氧乙烷进行烷氧基化反应; 待环氧乙烷反应结束后, 在 150℃缓缓通入 290 克环氧丙烷, 控制压力 ≤ 0.5MPa。反应结束后, 用氮气吹扫体系, 冷却后中和、脱水, 得壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(m=2, n=10)。

[0018] (b) 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸(m=2, n=10)的合成

将步骤(a)所合成的壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(m=2, n=10) 350 克、50 克氢氧化钠、120 克氯乙酸钠、1500 毫升甲苯混合于配有机械搅拌、温度计和回流冷凝管的三口烧瓶内, 加热至 90℃反应 7 小时。冷却, 酸化, 分水及无机盐, 得壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸(m=2, n=10)。

[0019] (c) 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙(m=2, n=10)的合成

向高压反应器中分别加入步骤(b)所合成的壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸(m=2, n=10) 360 克、15 克 Ca(OH)₂、1200 毫升水和 380 毫升乙醇, 加热至 80℃反应 2 小时, 反应结束后, 冷却, 分去水层, 产品烘干, 得壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙。

[0020] 【实施例 2】

(a) 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚(m=2, n=5)的合成

向装有冷凝装置、搅拌装置和气体分散器的反应器中加入 100 克壬基酚和 1.5 克的氧化钙催化剂,边通氮气边加热至 135℃时,加入壬基酚重量 10%的水,搅拌反应 1 小时。然后先常压蒸水,后减压在 20 毫米汞柱真空下,于 140℃抽真空 20 分钟蒸除水分,将该溶液降温至 80℃,慢慢滴加中和催化剂理论酸量 20%的浓硫酸,将体系温度加热至 85 ~ 90℃,开启真空系统,在高真空下脱水 1 小时,用氮气吹扫 3 ~ 4 次以除去体系中的空气,然后将体系反应温度调至 130℃缓缓通入 42 克环氧乙烷进行烷氧基化反应;待环氧乙烷反应结束后,在于 130℃缓缓通入 140 克环氧丙烷,控制压力 $\leq 0.50\text{MPa}$ 。反应结束后,用氮气吹扫体系,冷却后中和、脱水,得壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=2, n=5$)。

[0021] (b) 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=2, n=5$)的合成

将步骤(a)所合成的壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=2, n=5$) 250 克、40 克氢氧化钠、100 克氯乙酸钠、1200 毫升甲苯混合于配有机械搅拌、温度计和回流冷凝管的三口烧瓶内,加热至 85℃反应 10 小时。冷却,酸化,分水及无机盐,得壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=2, n=5$)。

[0022] (c) 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=2, n=5$)的合成

向高压反应器中分别加入步骤(b)所合成的壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=2, n=5$) 258 克、14 克 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、1000 毫升水和 500 毫升乙醇,加热至 70℃反应 3 小时,反应结束后,冷却,分去水层,产品烘干,得壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=2, n=5$)。

[0023] 【实施例 3】

(a) 辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=4, n=10$)的合成

向装有冷凝装置、搅拌装置和气体分散器的反应器中加入 100 克辛基酚和 1.4 克的氧化钙催化剂,边通氮气边加热至 135℃时,加入辛基酚重量 10%的水,搅拌反应 1 小时。然后先常压蒸水,后减压在 20 毫米汞柱真空下,于 140℃抽真空 20 分钟蒸除水分,将该溶液降温至 80℃,慢慢滴加中和催化剂理论酸量 20 (重量) %的浓硫酸,将体系温度加热至 85 ~ 90℃,开启真空系统,在高真空下脱水 1 小时,用氮气吹扫 3 ~ 4 次以除去体系中的空气,然后将体系反应温度调至 160℃缓缓通入 88 克环氧乙烷进行烷氧基化反应;待环氧乙烷反应结束后,在于 160℃缓缓通入 290 克环氧丙烷,控制压力 $\leq 0.50\text{MPa}$ 。反应结束后,用氮气吹扫体系,冷却后中和、脱水,得辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=4, n=10$)。

[0024] (b) 辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=4, n=10$)的合成

将步骤(a)所合成的辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=4, n=10$) 430 克与 52 克氢氧化钠、140 克氯乙酸钠、1500 毫升甲苯混合于配有机械搅拌、温度计和回流冷凝管的三口烧瓶内,加热至 100℃反应 6 小时。冷却,酸化,分水及无机盐,得辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=4, n=10$)。

[0025] (c) 辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=4, n=10$)的合成

向高压反应器中分别加入步骤(b)所合成的辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=4, n=10$) 440 克、18 克 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、1500 克水和 400 克乙醇,加热至 90℃反应 2 小时,反应结束后,冷却,分去水层,产品烘干,得辛基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=4, n=10$)。

[0026] 【实施例 4】

(a) 十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=4, n=25$)的合成

向装有冷凝装置、搅拌装置和气体分散器的反应器中加入 100 克十二烷基酚和 1.6 克

的氧化钙催化剂,边通氮气边加热至 135℃时,加入辛基酚重量 10%的水,搅拌反应 1 小时。然后先常压蒸水,后减压在 20 毫米汞柱真空下,于 140℃抽真空 20 分钟蒸除水分,将该溶液降温至 80℃,慢慢滴加中和催化剂理论酸量 20 (重量) %的浓硫酸,将体系温度加热至 85 ~ 90℃,开启真空系统,在高真空下脱水 1 小时,用氮气吹扫 3 ~ 4 次以除去体系中的空气,然后将体系反应温度调至 150℃缓缓通入 70 克环氧乙烷进行烷氧基化反应;待环氧乙烷反应结束后,在于 150℃缓缓通入 580 克环氧丙烷,控制压力 $\leq 0.50\text{MPa}$ 。反应结束后,用氮气吹扫体系,冷却后中和、脱水,得十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=4, n=25$)。

[0027] (b) 十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=4, n=25$)的合成

将步骤(a)所合成的十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚($m=4, n=25$) 680 克与 45 克氢氧化钠、150 克氯乙酸钠、1500 毫升甲苯混合于配有机械搅拌、温度计和回流冷凝管的三口烧瓶内,加热至 75℃反应 12 小时。冷却,酸化,分水及无机盐,得十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=4, n=25$)。

[0028] (c) 十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=4, n=25$)的合成

向反应釜中分别加入步骤(b)所合成的十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸($m=4, n=25$)695 克、20 克 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、1800 克水和 600 克乙醇,加热至 65℃反应 2 小时,反应结束后,冷却,分去水层,产品烘干,得十二烷基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=4, n=25$)。

[0029] 【实施例 5】

以【实施例 1】合成的壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=2, n=10$)为主乳化剂,配制油基钻井液体系,采用的基本配方为 270mL 5# 白油 +30mL 20wt% CaCl_2 水溶液 +4wt% 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙 +1wt% 十二烷基苯磺酸钠 +3wt% 有机土 +3wt% 氧化沥青 +3wt% CaO 粉末。

[0030] 具体实验过程为:准确量取 270mL 5# 白油,然后加入 4wt% 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙,于转速为 11000r/min 条件下搅拌 20min,再依次加入 1wt% 十二烷基苯磺酸钠、3wt% 有机土、3wt% 氧化沥青及 3wt% CaO 粉末,继续于转速为 11000r/min 条件下搅拌 30min,最后加入 30mL 20wt% CaCl_2 水溶液,于转速为 11000r/min 条件下再搅拌 10min,得到稳定的油包水型钻井液体系。分别测定高温老化前后该油包水型钻井液体系的流变参数、破乳电压和 API 滤失量,结果如表 1 所示。

[0031] 表 1

实验条件	μ_a /mPa.s	μ_p /mPa.s	τ_g /Pa	ES /V	FL /mL
室温	34	28	6	1080	<1
180℃/16h	27.5	25	2.5	950	

【实施例 6】

以【实施例 1】合成的壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙($m=2, n=10$)为主乳化剂,配制油基钻井液体系,采用的基本配方为 270mL 5# 白油 +30mL 20wt% CaCl_2 水溶液 +7wt% 壬基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚乙酸钙 +2wt% 司盘 80+4wt% 有机土 +3wt% 氧化沥青 +3wt% CaO 粉末。

[0032] 具体实验过程为同【实施例 5】。分别测定高温老化前后该油包水型钻井液体系的流变参数、破乳电压和 API 滤失量,结果如表 2 所示。

[0033] 表 2

实验条件	μ_a /mPa·s	μ_p /mPa·s	τ_a /Pa	ES /V	FL /mL
室温	42	31	11	1260	<1
180℃/16h	39	29	10	1020	