



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105001850 A

(43) 申请公布日 2015. 10. 28

(21) 申请号 201510390068. X

(22) 申请日 2015. 07. 03

(71) 申请人 西南石油大学

地址 610500 四川省成都市新都区新都大道  
8号

(72) 发明人 全红平 鲁雪梅 王金玉 肖倩  
肖舒惠 蒋定邦 杨凯琪

(51) Int. Cl.

C09K 8/74(2006. 01)

C09K 8/54(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法  
及其应用

(57) 摘要

本发明涉及一种用于油气井增产作业中的酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法及其应用。它用于解决油气井增产中酸化时浓酸对设备的腐蚀问题。其技术方案：先将摩尔比为1的二乙烯三胺溶于15ml乙醇中，移入三口烧瓶中通入氮气保护，升温至60～90℃；然后加入摩尔比为0.9～1.2的肉桂醛和部分量的苯乙酮反应30min；最后滴加摩尔比为1～1.1的甲醛和剩余量的苯乙酮，在温度为70～110℃下反应7～10h；将反应后的产物移入真空旋转蒸发仪中，在90℃下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。该方法制得的缓蚀剂加入浓盐酸中，用钢片浸入浸泡实验，本产品已达到本行业二级品标准。本制备方法工艺简单，无需特殊设备；本产物用于浓盐酸或土酸油气井酸化作业中。

1. 一种酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法,其特征在于:制备该缓蚀剂所用原料的物质的量摩尔比为:甲醛:苯乙酮:二乙烯三胺:肉桂醛=1~1.1:2~2.2:1:0.9~1.2;先将摩尔比为1的二乙烯三胺溶于15ml乙醇中,移入三口烧瓶中通入氮气保护,升温至70~100℃;然后依次加入摩尔比为0.9~1.2的肉桂醛和部分量的苯乙酮反应30min;再滴加摩尔比为1~1.1的甲醛和剩余量的苯乙酮,在温度为70~100℃下反应7~10h;最后将产物移入真空旋转蒸发仪中,在90℃下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

2. 根据权利要求1所述的缓蚀剂制备方法,其特征是:该制备方法制得的枝状有机胺类在酸液缓蚀中的应用,将质量为酸液总量的0.6%的上述制得的枝状有机胺类缓蚀剂,加入到质量百分浓度为20%的盐酸中,将Q235钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中,在温度为90℃下浸泡4h,然后取出,清洗,烘干,称重;经实验检测显示,Q235钢片的腐蚀速度为4.75~6.23g/(m<sup>2</sup>·h),缓蚀率为99.88%~99.91%;根据标准SY/T 5405-1996要求的规定,在90℃下20%的浓盐酸中的腐蚀速度为3~5g/(m<sup>2</sup>·h)为一级品,5~10g/(m<sup>2</sup>·h)为二级品。由实验证明该缓蚀剂已达到二级品要求的标准。

## 一种酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法及其应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于油气井增产作业中酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法及其应用。

### 背景技术

[0002] 石油工业领域油藏开发过程中为了提高油井原油采收率和油气田增产常常采用酸化措施。然而酸化增产的同时,酸化用的酸液对于油井管材和井下金属设备腐蚀十分严重,还有可能导致管材的破裂,造成很大的经济损失。

[0003] 随着深层次渗透油藏的开发,浓酸酸化使用量不断增加,解决酸化过程中浓酸对管道设备的腐蚀仍然是需要研究的问题之一。目前使用的浓酸酸化缓蚀剂存在一些问题,缓蚀剂的缓蚀率较低、添加量大、高温高浓度酸液中易沉淀结焦、对环境有污染、与其它用剂配伍性差。为了弥补现有酸化缓蚀剂的一些不足,研制出能用于高浓度酸、环境污染小、缓蚀效果好的缓蚀剂对油藏开发有重大意义。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是:为了解决油气井增产中酸化时酸液对井下设备的腐蚀,针对目前使用的酸化缓蚀剂的溶解性差,环境污染大,添加量大,浓酸中易沉淀,缓蚀效果差等问题,特制出一种酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法及其应用。

[0005] 为解决上述问题,本发明采用以下技术方案:一种酸化用枝状有机胺类缓蚀剂的制备方法包括以下步骤:制备该缓蚀剂所用原料的物质的量摩尔比为:甲醛:苯乙酮:二乙烯三胺:肉桂醛=1~1.1:2~2.2:1:0.9~1.2;先将摩尔比为1的二乙烯三胺溶于15ml乙醇中,移入三口烧瓶中通入氮气保护,升温至70~100℃;然后加入摩尔比为0.9~1.2的肉桂醛和部分量的苯乙酮反应30min;最后滴加摩尔比为1~1.1的甲醛和剩余量的苯乙酮,在温度为70~100℃下反应7~10h;将反应后的产物移入真空旋转蒸馏仪中,在90℃下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

[0006] 上述制备方法制备的枝状有机胺类缓蚀剂在酸液缓蚀中的应用,将质量为酸液总量的0.6%的枝状有机胺类缓蚀剂,加入到质量百分浓度为20%的浓盐酸中,将Q235钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中,在温度为90℃下浸泡4h,然后取出,清洗,烘干,称重;经实验检测显示,Q235钢片的腐蚀速度为4.75~6.23g/(m<sup>2</sup>·h),缓蚀率为99.88%~99.91%;根据标准SY/T5405-1996要求的规定,在90℃下20%的浓盐酸中的腐蚀速度为3~5g/(m<sup>2</sup>·h)为一级品,5~10g/(m<sup>2</sup>·h)为二级品。由实验证明该缓蚀剂已达到二级品要求的标准。

[0007] 本发明与现有技术比较,具体有以下有益效果:(1)本制备方法简单,无需其它特殊设备,降低了生产成本;(2)本制备方法制得的缓蚀剂,缓蚀效果好,缓蚀率可达到99.88%以上,并且在盐酸和土酸溶液中分散性很好,有很好的表面活性,完全无结焦,在酸液中腐蚀速率达到本行业的二级标准;(3)该枝状有机胺类缓蚀剂适用温度为90℃下,浓度为15%~20%的浓盐酸或土酸油气井增产施工作业中。

## 具体实施方式

### [0008] 实施例 1

[0009] 先将称取 4.12g 二乙烯三胺溶于 15ml 乙醇溶剂中, 移入三口烧瓶中通入氮气保护, 升温至 80℃; 然后滴加 5.29g 肉桂醛和 4.80g 苯乙酮反应 30min; 最后滴加 3.57g 浓度为 37% 的甲醛溶液和 4.81g 苯乙酮, 在温度为 80℃ 下反应 8h; 将反应后的产物移入真空旋转蒸发仪中, 在 90℃ 下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

[0010] 通过静态失重法对合成的醛酮胺缩合物缓蚀剂进行缓蚀性能评价, 将 4.5g 该缓蚀剂加入质量百分浓度为 20% 的浓盐酸中, 将 Q235 钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中, 在温度为 90℃ 下浸泡 4h, 然后取出, 清洗, 烘干, 称重; 经实验检测显示, Q235 钢片的腐蚀速度为  $6.23\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ , 缓蚀率为 99.88%; 根据标准 SY/T 5405-1996 二级品要求的规定, 在 90℃ 下 20% 的浓盐酸中的腐蚀速度为  $5 \sim 10\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。由实验证明该缓蚀剂已达到二级品要求的标准。

### [0011] 实施例 2

[0012] 先将称取 4.12g 二乙烯三胺溶于 15ml 乙醇溶剂中, 移入三口烧瓶中通入氮气保护, 升温至 90℃; 然后滴加 5.29g 肉桂醛和 5.09g 苯乙酮反应 30min; 最后滴加 3.25g 浓度为 37% 的甲醛溶液和 5.00g 苯乙酮, 在温度为 90℃ 下反应 7h; 将反应后的产物移入真空旋转蒸发仪中, 在 90℃ 下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

[0013] 通过静态失重法对合成的醛酮胺缩合物缓蚀剂进行缓蚀性能评价, 将 4.5g 该缓蚀剂加入质量百分浓度为 20% 的浓盐酸中, 将 Q235 钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中, 在温度为 90℃ 下浸泡 4h, 然后取出, 清洗, 烘干, 称重; 经实验检测显示, Q235 钢片的腐蚀速度为  $4.99\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ , 缓蚀率为 99.90%; 根据标准 SY/T 5405-1996 一级品要求的规定, 在 90℃ 下 20% 的浓盐酸中的腐蚀速度为  $3 \sim 5\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。由实验证明该缓蚀剂已达到一级品要求的标准。

### [0014] 实施例 3

[0015] 先将称取 4.12g 二乙烯三胺溶于 15ml 乙醇溶剂中, 移入三口烧瓶中通入氮气保护, 升温至 70℃; 然后滴加 4.76g 肉桂醛和 5.28g 苯乙酮反应 30min; 最后滴加 3.25g 浓度为 37% 的甲醛溶液和 5.29g 苯乙酮, 在温度为 70℃ 下反应 9h; 将反应后的产物移入真空旋转蒸发仪中, 在 90℃ 下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

[0016] 通过静态失重法对合成的醛酮胺缩合物缓蚀剂进行缓蚀性能评价, 将 4.5g 该缓蚀剂加入质量百分浓度为 20% 的浓盐酸中, 将 Q235 钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中, 在温度为 90℃ 下浸泡 4h, 然后取出, 清洗, 烘干, 称重; 经实验检测显示, Q235 钢片的腐蚀速度为  $5.02\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ , 缓蚀率为 99.90%; 根据标准 SY/T 5405-1996 二级品要求的规定, 在 90℃ 下 20% 的浓盐酸中的腐蚀速度为  $5 \sim 10\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。由实验证明该缓蚀剂已达到二级品要求的标准。

### [0017] 实施例 4

[0018] 先将称取 4.12g 二乙烯三胺溶于 15ml 乙醇溶剂中, 移入三口烧瓶中通入氮气保护, 升温至 80℃; 然后滴加 5.29g 肉桂醛和 5.87g 苯乙酮反应 30min; 最后滴加 3.25g 浓度为 37% 的甲醛溶液和 5.89g 苯乙酮, 在温度为 80℃ 下反应 10h; 将反应后的产物移入真空

旋转蒸发仪中,在 90℃下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

[0019] 通过静态失重法对合成的醛酮胺缩合物缓蚀剂进行缓蚀性能评价,将 4.5g 该缓蚀剂加入质量百分浓度为 20% 的浓盐酸中,将 Q235 钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中,在温度为 90℃下浸泡 4h,然后取出,清洗,烘干,称重;经实验检测显示, Q235 钢片的腐蚀速度为 5.62g/(m<sup>2</sup> • h),缓蚀率为 99.89%;根据标准 SY/T 5405-1996 二级品要求的规定,在 90℃下 20% 的浓盐酸中的腐蚀速度为 5 ~ 10g/(m<sup>2</sup> • h)。由实验证明该缓蚀剂已达到二级品要求的标准。

#### [0020] 实施例 5

[0021] 先将称取 4.12g 二乙烯三胺溶于 15ml 乙醇溶剂中,移入三口烧瓶中通入氮气保护,升温至 100℃;然后滴加 4.76g 肉桂醛和 5.09g 苯乙酮反应 30min;最后滴加 3.25g 浓度为 37% 的甲醛溶液和 5.00g 苯乙酮,在温度为 100℃下反应 7h;将反应后的产物移入真空旋转蒸发仪中,在 90℃下进行减压蒸馏制得枝状有机胺类缓蚀剂。

[0022] 通过静态失重法对合成的醛酮胺缩合物缓蚀剂进行缓蚀性能评价,将 4.5g 该缓蚀剂加入质量百分浓度为 20% 的浓盐酸中,将 Q235 钢片悬挂浸入上述盐酸溶液中,在温度为 90℃下浸泡 4h,然后取出,清洗,烘干,称重;经实验检测显示, Q235 钢片的腐蚀速度为 4.75g/(m<sup>2</sup> • h),缓蚀率为 99.91%;根据标准 SY/T 5405-1996 一级品要求的规定,在 90℃下 20% 的浓盐酸中的腐蚀速度为 3 ~ 5g/(m<sup>2</sup> • h)。由实验证明该缓蚀剂已达到一级品要求的标准。

[0023] 通过以上实施例可以得出,该醛酮胺缩合物缓蚀剂的制备方法工艺简单,无需特殊设备;适用于 90℃下 15% ~ 20% 浓盐酸或土酸酸化油气井增产作业施工中,缓蚀率 >99.88%。