

19



Octroiraad
Nederland

11 192988

12 C OCTROOI

21 Aanvraag om octrooi: 8600411

22 Ingediend: 18.02.86

51 Int.Cl.⁶
C09K7/02, C08L1/26, C08L1/08,
C08K5/52

30 Voorrang:
08.03.85 US 0000709547

43 Ter inzage gelegd:
01.10.86 I.E. 86/19

44 Openbaargemaakt:
02.03.98 I.E. 98/03

47 Dagtekening:
03.07.98

45 Uitgegeven:
01.09.98 I.E. 98/09

73 Octrooihouder(s):
Baroid Technology, Inc. te Houston, Texas,
Verenigde Staten van Amerika (US).

74 Gemachtigde:
Ir. L.C. de Bruijn c.s. te 2517 KZ Den Haag.

54 Vloeibare, polymeer bevattende preparaten voor het verdikken van waterige milieus.

Vloeibare, polymeer bevattende preparaten voor het verdikken van waterige milieus

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een vloeibare, gietbare, in water dispergeerbare polymeer bevattende samenstelling die een waterrijk medium kan verdikken, en een vloeistof op oliebasis en een
5 gelerende hoeveelheid van een aluminiumoxa-alkylfosfaat, aluminiumoxa-alkyl-oxa-alkylfosfaat en/of een aluminiumoxa-alkylalkylfosfaat als geleringsmiddel bevat, welk geleringsmiddel voldoet aan de structuurformule van het formuleblad, waarin

a een geheel getal van 0 t/m 2 is, b een geheel getal van 1 t/m 3 is, c een geheel getal van 1 t/m 5 is, d een geheel getal van 1 t/m 5 is, en de som van $a + b = 3$ is,

10 R_1O en R_3O een alkoxi-, alkenyl- of alkynyloxigroep, die 1-18 koolstofatomen bevat, of $CH_2CH(CH_3)O$ of CH_2CH_2O of OH voorstellen, R_2O en R_4O een alkoxi-, alkenyloxi of alkynyloxigroep, die 1-18 koolstofatomen bevat, voorstellen en

waarin R_1O en R_2O elkaar kunnen verschillen, maar tezamen 1 tot 24 koolstofatomen dienen te bevatten, en R_3O en R_4O van elkaar kunnen verschillen, maar tezamen 1-20 koolstofatomen dienen te
15 bevatten, met dien verstande, dat ten minste één van R_1O en R_3O $CH_2CH(CH_3)O$ of CH_2CH_2O dient te zijn en voorts met dien verstande dat, wanneer R_1O of R_3O noch $CH_2CH(CH_3)O$ noch CH_2CH_2O voorstelt, dan de respectieve R_2O en R_4O -groep anders daaraan gebonden doorgehaald moet worden en voorts met dien verstande dat het aantal koolstofatomen in ten minste één van R_1O , R_2O , R_3O en R_4O ten minste 6 is. Het zal duidelijk zijn dat in de uitdrukking "oxa-alkyl" de uitdrukking "alkyl" in algemene zin gebruikt wordt en
20 verzadigde en onverzadigde alifatische koolwaterstofgroepen met rechte en vertakte keten omvat.

Dergelijke vloeibare, gietbare, in water dispergeerbare polymeer bevattende samenstellingen zijn bekend uit het Amerikaanse octrooischrift 4.316.810. Deze samenstellingen worden toegepast in breekvloeistoffen op basis van een olie bevattende basisvloeistof die bij het winnen van bijvoorbeeld ruwe olie uit een ondergrondse formatie worden toegepast. Met dit breekvloeistof kan hydraulische druk geleverd worden
25 voor het produceren en vergroten van een breuk in de ondergrondse formatie. De samenstellingen verhogen de viscositeit en verlagen de wrijvingsweerstand van deze breekvloeistoffen.

Verder zijn uit de Britse octrooiaanvraag 2.118.202 samenstellingen bekend die de viscositeit van zoutoplossingen kunnen verhogen. Deze zoutoplossingen worden bij het winnen van ruwe olie als putbooren en behandelingsvloeistoffen toegepast. De samenstellingen volgens de Britse octrooiaanvraag
30 2.118.202 omvatten een olie-achtige vloeistof, een zoutoplossing, een verenigbaar makend middel zoals een organofiele klei en hydroxiethylcellulose.

Het gebruik van polymeren, zoals hydroxiethylcellulose (HEC) in vloeistoffen, bijv. zoutoplossingen, die gebruikt worden in putboor- en behandelingsvloeistoffen ter verbetering van de viscositeit, verwijdering van vaste stoffen en/of filtratieregeling, heeft in de voorbije jaren veel succes ontmoet. Het is echter bekend, dat
35 de directe toepassing van de droge poedervorm van deze poeders resulteert in de vorming van "visse-ogen", d.w.z. niet-gehydrateerde klonten polymeer, die kunnen resulteren in bedrijfsproblemen, zoals het dichtslaan van schudzeven en het verstoppert van de formatie. Deze problemen kunnen geminimaliseerd worden door toevoeging van het polymeer in de vorm van een oplossing, colloïde of andere gelijkmatige suspensie, gedispergeerd in een dragermilieu, dat geen oplosmiddel is, zoals een vloeistof op oliebasis, bijv.
40 dieselolie of kerosine.

De onderhavige uitvinding heeft een verbeterde, vloeibare polymeer bevattende samenstelling te verschaffen, die weinig of geen sedimentatie of harde samenpakking veroorzaakt.

De uitvinding heeft derhalve betrekking op een vloeibare, gietbare, in water dispergeerbare polymeer bevattende samenstelling volgens de aanhef, gekenmerkt doordat de samenstelling een hydroxiethylcellu-
45 lose en een werkzame hoeveelheid van een oppervlakactief middel, die voldoende is om sedimentatie en harde samenpakking van het hydroxiethylcellulose te vertragen, bevat.

Uit "Kirk Othmer, Encyclopaedia of Chemical Technology", derde uitgave, deel 17 (1982), bladzijde 160 was bekend, dat boorvloeistoffen gewoonlijk oppervlakactieve stoffen bevatten en dat deze gewoonlijk als basisbestanddeel worden opgenomen. De in de aanhef vermelde, bekende samenstellingen aan welke
50 tevens hydroxiethylcellulose wordt toegevoegd, worden echter reeds in de vorm van een goede suspensie verkregen, zodat het niet voor de hand ligt om ook aan deze bekende samenstellingen nog een oppervlakactief middel toe te voegen.

Volgens de onderhavige uitvinding wordt een vloeibare, polymeer bevattende samenstelling verschaft, die gebruikt kan worden voor het verdikken van een waterige vloeistof, zoals zoet water, met olieveld-
55 zoutoplossingen en dergelijk, voor het verschaffen van putboor- en behandelingsvloeistoffen, bijv. voltooiingsvloeistoffen of vloeistoffen voor het opnieuw bewerken. Het preparaat bevat HEC, een vloeistof op oliebasis of hydrofobe vloeistof en een werkzame hoeveelheid van een geleringsmiddel, bestaande uit

een aluminiumzout van een of meer oxa-alkylfosfaten en/of oxa-alkylalkylfosfaten. De vloeistof op oliebasis is in het algemeen gesproken een koolwaterstof, waarin het HEC in wezen niet opzwellbaar is. Volgens de onderhavige uitvinding is een oppervlakactief middel opgenomen, dat bijdraagt bij het voorkomen van sedimentatie en harde samenpakking van het HEC. De vloeibare, polymeer bevattende samenstellingen
5 geven, indien gemengd met waterige vloeistoffen, in het bijzonder zoutoplossingen voor het aardolieveld, ideale putboor- of behandelingsvloeistoffen.

De nieuwe, vloeibare, polymeer bevattende samenstellingen volgens de onderhavige uitvinding maken gebruik van hydroxiethylcellulose (HEC) als de voornaamste component om verdikking van het waterige milieu te bewerkstelligen. Hydroxiethylcellulose is een in water oplosbaar niet-ionogeen polymeer dat met
10 hoge opbrengst verkregen wordt door behandeling van cellulose met natriumhydroxide gevolgd door reactie met etheenoxide. Elke anhydroglucose-eenheid in het cellulosemolecule heeft drie reactieve hydroxylgroepen. Het gemiddelde aantal mol etheenoxide, dat aan elke anhydroglucose-eenheid in cellulose wordt gebonden, wordt het aantal mol gebonden substituent genoemd. In het algemeen is hoe groter de substitutiegraad hoe groter de oplosbaarheid in water. Terwijl HEC met een molsubstituteniveau van slechts
15 1,5 kan worden gebruikt, verdient het de voorkeur HEC te gebruiken met een molsubstituteniveau van 1,8 of hoger, in het bijzonder 2,5 en hoger. Het zal duidelijk zijn, dat het gekozen speciale HEC afhankelijk zal zijn van het type vloeibare samenstelling volgens de uitvinding en tenslotte van het gewenste type putboor- of behandelingsvloeistof. Bijvoorbeeld kan zogenaamd oppervlakkig behandeld HEC, zoals beschreven in de Amerikaanse octrooischriften 3.455.714, 2.879.268 en 3.072.035 met voordeel gebruikt worden. Dergelijk
20 oppervlakkig behandeld HEC vertoont een grotere dispergeerbaarheid in de samenstelling. Het HEC zal in de vloeibare samenstelling volgens de uitvinding bij voorkeur aanwezig zijn in hoeveelheden van 25 tot 55 gew.%, betrokken op het totale gewicht van de samenstelling.

De vloeistof op oliebasis, die gebruikt wordt bij de bereiding van de samenstelling volgens de onderhavige uitvinding, is in het algemeen elke koolwaterstofvloeistof, die geen aanzienlijke opzwellings- of verdikking
25 van het HEC veroorzaakt. Tot voorbeelden van vloeistoffen op oliebasis behoren vloeibare alifatische en aromatische koolwaterstoffen, in het bijzonder die, welke 5 tot 10 koolstofatomen per molecule bevatten, dieselolie, kerosine, andere, van aardolie afkomstige destillaten en oliën, minerale olie en dergelijke. In het algemeen gesproken zal de vloeistof op oliebasis nietpolair zijn en een laag vloeipunt hebben. Een vloeistof op oliebasis, die bijzonder de voorkeur verdient, is een olie op paraffinebasis van het minerale afsluittypen of
30 witte minerale olietype, welke olie in hoofdzaak vrij is van aromatische verbindingen. Dergelijke oliën zijn, aangezien zij biologisch afbreekbaar zijn, milieu-hygiënisch veilig en vinden speciale bruikbaarheid in werkzaamheden buitengaats. De vloeistof op oliebasis zal in de samenstelling volgens de onderhavige uitvinding aanwezig zijn in hoeveelheden van ongeveer 35 tot ongeveer 75 gew.%, betrokken op het totale gewicht van de samenstelling en bij voorkeur van ongeveer 40 tot ongeveer 60 gew.%, betrokken op het
35 totale gewicht van de samenstelling.

Het in de samenstellingen volgens de onderhavige uitvinding gebruikte geleringsmiddel is het geleringsmiddel, dat in het Amerikaanse octrooischrift 4.316.810 wordt beschreven.

De hoeveelheid van het aluminiumoxaalkylfosfaat-zout, d.w.z. het geleringsmiddel, dat gebruikt wordt in de samenstelling volgens de onderhavige uitvinding, is bij voorkeur 0,15 tot 6 gew.%, betrokken op het
40 totale gewicht van de samenstelling. Bij voorkeur wordt ten minste ongeveer 0,25 gew.% van het geleringsmiddel aan de vloeistof op oliebasis toegevoegd, waarbij de samenstellingen, die het meest de voorkeur verdienen, ongeveer 0,3 tot ongeveer 2 gew.% bevatten. Het geleringsmiddel kan als vooraf bereid zout worden toegevoegd of kan in situ worden gevormd. De laatste methode vormt de voorkeurswerkwijze van opname van het geleringsmiddel in de samenstelling volgens de onderhavige uitvinding, aangezien een
45 betere regeling van de eigenschappen van de samenstelling wordt bereikt.

Waar de vorming in situ van het geleringsmiddel de gevolgde methode is, wordt het fosforzuurester-voorproduct eerst toegevoegd aan de vloeistof op oliebasis in een zodanige hoeveelheid, dat de hiervoor gespecificeerde gewenste hoeveelheid geleringsmiddel verschaft wordt. Een geschikte hoeveelheid natriumaluminaat, bij voorkeur gemengd met natriumhydroxide en water, wordt vervolgens aan de vloeistof
50 op oliebasis toegevoegd.

Hoewel de samenstellingen volgens de aanhef kleivrije, vloeibare, polymeer bevattende samenstellingen verschaffen, die sedimentatie en harde samenpakking van het HEC reeds enigszins beperken, is het gewenst een dergelijke sedimentatie en harde samenpakking verder te vertragen door een oppervlakactief middel in de samenstellingen op te nemen. Voorbeelden van geschikte oppervlakactieve middelen zijn
55 sorbitanvetzuuresters zoals sorbitanmonolauraat, sorbitanmonoöleaat, sorbitanmonostearaat, sorbitanmonopalmitaat en sorbitantristearaat; polyoxiethyleensorbitanvetzuuresters zoals polyoxiethyleensorbitanmonolauraat en polyoxiethyleensorbitanmonopalmitaat; alkylarylsulfonaten; polymere vetzuuresters. Het type en

de hoeveelheid toegepast oppervlakactief middel hangt af van de concentratie van het HEC, de opslagtijd van de samenstelling volgens de uitvinding en andere dergelijke variabelen. Het oppervlakactieve middel wordt bij voorkeur toegepast in een hoeveelheid van 0,25 tot 4 gew.%, betrokken op het totale gewicht van de samenstelling.

- 5 Bij de bereiding van de vloeibare, polymeer bevattende samenstellingen, en wanneer vorming in situ van het geleringsmiddel wordt toegepast, wordt de fosforzuurester aan de vloeistof op oliebasis toegevoegd en geroerd, gevolgd door toevoeging van de natriumaluminaatoplossing, waarbij het roeren gedurende een geschikte tijdsperiode wordt voortgezet tot de reactie tussen het natriumaluminaat en de fosforzuurster voltooid is. Daarna wordt het oppervlakactieve middel toegevoegd en wordt het mengsel geroerd. Vervol-
- 10 gens wordt het HEC toegevoegd en wordt de samenstelling vervolgens onder afschuiving grondig gemengd tot de gewenste viscositeit is bereikt.

De samenstellingen volgens de onderhavige uitvinding vinden speciaal gebruik bij de bereiding van vloeistoffen, zoals voltooiingsvloeistoffen en herbewerkingsvloeistoffen. Bij de bereiding van dergelijke vloeistoffen worden de vloeibare samenstellingen met een geschikte waterige vloeistof gemengd. Terwijl de

15 waterige vloeistof bijvoorbeeld zoetwater of leidingwater kan bevatten, zal de waterige vloeistof bij voorkeur een vloeistof zijn, die een oplosbaar zout bevat, zoals bijvoorbeeld een oplosbaar zout van een alkalimetaal, van een aardalkalimetaal, van een metaal van groep IB, van een metaal van groep IIB of van ammoniak. In het bijzonder vormen zoutoplossingen, die natriumchloride en/of calciumchloride bevatten, indien gemengd met de onderhavige vloeibare samenstellingen, uitstekende herbewerkingsvloeistoffen. De hoeveelheid van

20 het in water oplosbare zout, dat is opgelost in de waterige vloeistof, zal variëren afhankelijk van de gewenste dichtheid van de putboor- of behandelingsvloeistof. Het is bijvoorbeeld gebruikelijk verzadigde oplossingen van natriumchloride en/of calciumchloride bij de bereiding van dergelijke vloeistoffen toe te passen. Bij de bereiding van waterige putboor- en behandelingsvloeistoffen onder toepassing van de vloeibare, polymeer bevattende samenstellingen, zal de hoeveelheid toegevoegd vloeibare samenstelling

25 variëren afhankelijk van de gewenste viscositeit. Gewenste putboor- en behandelingsvloeistoffen kunnen bereid worden door vereniging van een waterige vloeistof met voldoende vloeibare, polymeer bevattende samenstellingen, zodat het eindmengsel ongeveer 0,285 tot ongeveer 5,7 kg/m³ (0,1 tot 2 pounds per barrel (ppb)) HEC bevat.

- Om de uitvinding verder toe te lichten worden de volgende voorbeelden volgens de uitvinding, in
- 30 vergelijkende voorbeelden, niet volgens de uitvinding, gegeven. In alle gevallen was het gebruikte HEC Natrosol 250 HHR, op de markt gebracht door Hercules, Incorporated.

Vergelijkend voorbeeld I

In zuur oplosbare (15 procenten zoutzuur) vloeibare, polymeersamenstellingen van HEC werden bereid onder

35 toepassing van dieselolie nr. 2 als de vloeistof op oliebasis. Het aluminiumoxa-alkylfosfaat-zout werd in situ verkregen door vereniging van een fosforzuurester zoals hiervoor beschreven en verkocht onder de handelsnaam ASP-162 door Nalco Chemical Company met een waterige natriumhydroxide-oplossing van natrium-aluminaat verkocht onder de handelsnaam ASP-200 door Nalco Chemical Company. De tabellen A en B hierna laten verschillende samenstellingen (tabel A) en reologische eigenschappen daarvan (tabel B)

40 zien.

TABEL A
Gewichtspercentage van de componenten

45	Monster nr.	Diesel	HEC	Fosforzuur- ester	Natriumalumi- naat	Opmerkingen
	1	52,0	45	4,6	0,40	goede suspensie
50						slechte gietbaarheid
	2	51,0	45	3,7	0,30	goede suspensie
55						tamelijke gietbaarheid

TABEL A (vervolg)
Gewichtspercentage van de componenten

	Monster nr.	Diesel	HEC	Fosforzuur- ester	Natriumalumi- naat	Opmerkingen
5						
	3	53,1	45	1,5	0,15	tamelijke suspensie goede gietbaarheid
10	4	53,6	45	1,0	0,50	slechte suspensie
	5	54,1	45	0,1	0,05	harde samen- pakking
15						

TABEL B

	Monster nr.	-600	-300	EV ^a	SV ^b	VG ^c	Opmerkingen
20							
	1	> 300	275	-	-	-	goede suspensie slechte gietbaarheid
25	2	290	185	105	145	80	goede suspensie tamelijke gietbaarheid
30	3	197	150	47	98	103	tamelijke suspensie goede gietbaarheid
	4	163	99	64	81	35	slechte suspensie
35	5	140	87	53	70	34	slechte suspensie

^a elastische viscositeit (= θ 600 - θ 300)

^b schijnbare viscositeit (= $1/2 \times \theta$ 600)

40 ^c vloeigrens (=) elastische viscositeit - θ 200)

Vergelijkend voorbeeld 2

Een reeks zoutoplossingen, viskeus gemaakt met een vloeibare samenstelling aangeduid als monster nr. 2 in vergelijkend voorbeeld 1 werd vergeleken met een soortgelijke reeks zoutoplossingen viskeus gemaakt met de vloeibare samenstelling beschreven in het samenhangende Amerikaanse octrooischrift 4.622.153 en welke geen polymeer bevatten. De reologie van de monsters werd gewaardeerd onder toepassing van een rotatieviscometer FANN model 35A volgens het door de American Petroleum Institute aanbevolen voorschrift RP 13B-1. De resultaten worden de in tabellen C-F hierna vermeld.

TABEL C
Elastische viscositeit voortgebracht door monster 2 van vergelijkend voorbeeld 1

5	Milieu	O ^c	(ppv) ^a				5
			1	2	3	4	
	water	1,0	12,0	15,0	27,0	36,0	–
	NaCl (10,0 ppg) ^b	2,0	8,0	9,0	13,0	18,0	41,0
	NaBr (11,0 ppg)	1,5	4,0	12,0	20,0	49,0	64,0
10	CaCl ₂ (11,6 ppg)	8,0	8,5	11,0	14,5	27,5	52,5
	CaBr ₂ (14,2 ppg)	7,0	10,0	10,0	10,0	12,0	15,0
	KCl (9,7 ppg)	3,5	4,0	8,0	14,0	18,0	20,0
	CaCl ₂ /CaBr ₂ (12,5 ppg)	9,0	14,0	11,5	14,0	14,5	16,0
	CaCl ₂ /CaBr ₂ /ZnBr ₂ (18,0 ppg)	23,0	21,0	19,5	20,0	24,0	20,0
15	ZnBr ₂ (19,2 ppg)	30,0	23,0	23,0	23,0	23,0	23,0

^a pounds per vat (159 l); 1 pound = 0,4536 kg

^b pounds per gallon (1 ppg = 0,1198 kg.dm⁻³)

^c hoeveelheid polymeerpreparaat (pounds) per vat (159 l) viskeus gemaakte zoutoplossing

20

TABEL D
Elastische viscositeit voortgebracht door het bekende vloeibare polymeer

25	Milieu	0	(ppv)				5
			1	2	3	4	
	water	1,0	7,0	10,0	13,0	19,0	25,0
	NaCl	2,0	9,0	13,0	17,0	20,0	25,0
	NaBr	1,5	8,0	11,0	18,0	17,0	28,0
30	CaCl ₂	8,0	13,5	22,0	26,0	32,0	35,0
	CaBr ₂	7,0	10,0	9,5	13,0	12,5	14,0
	KCl	3,5	6,5	8,5	12,5	15,0	20,0
	CaCl ₂ /CaBr ₂	9,0	12,0	14,0	17,5	20,5	24,0
35	CaCl ₂ /CaBr ₂ /ZnBr ₂	23,0	20,0	20,5	22,0	21,5	24,0

TABEL E
Vloei grens voortgebracht door monster 2 van vergelijkend voorbeeld 1

40	Milieu	0	(ppv)				5
			1	2	3	4	
	water	1,0	10,0	42,0	83,0	154,0	–
	NaCl	2,0	3,0	9,0	18,0	41,0	
45	NaBr	1,0	4,0	12,0	20,0	49,0	64,0
	CaCl ₂	1,0	3,5	11,0	14,5	27,5	52,5
	CaBr ₂	3,0	3,0	2,0	2,0	3,0	5,0
	KCl	1,5	2,0	4,0	13,0	26,0	46,0
	CaCl ₂ /CaBr ₂	0,0	1,0	3,5	2,5	2,0	2,0
50	CaCl ₂ /CaBr ₂ /ZnBr ₂	3,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,0
	ZnBr ₂	0,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0

TABEL F
Vloiegrens voortgebracht door het bekende vloeibare polymeer

			(ppv)				
5	Milieu	0	1	2	3	4	5
	water	1,0	2,0	9,0	12,0	55,0	61,0
	NaCl	2,0	1,0	7,0	19,0	29,0	44,0
	NaBr	1,0	5,0	8,0	28,0	48,0	64,0
10	CaCl ₂	1,0	1,5	7,0	19,0	40,0	75,0
	CaBr ₂	3,0	1,0	2,0	2,0	4,5	5,5
	KCl	1,5	2,0	6,5	13,0	26,0	41,0
	CaCl ₂ /CaBr ₂	0,0	0,0	3,5	4,5	6,0	10,0
	CaCl ₂ /CaBr ₂ /ZnBr ₂	3,0	0,0	1,0	1,5	3,0	1,0

Een vergelijking van de schijnbare viscositeit van monster nr. 2 met de bekende vloeibare samenstelling laat zien, dat beide even werkzaam waren bij het viskeus maken van de zoutoplossingen vermeld in de tabellen C-F.

- 20 Om de oplosbaarheid in zuur van de polymeer bevattende samenstellingen te bepalen, werden monsters van 2 ml elk van monster nr. 2 in elk van drie waterige oplossingen van 15 % zoutzuur van 100 ml gebracht en onder verwarming geroerd. In alle gevallen viel de opgeloste stof uiteen en oplossing had plaats onder het achterlaten van een niet-viskeuze, heldere oplossing. Het blijkt derhalve uit de tabellen C-F, dat de vloeibare samenstellingen, die vrij van klei zijn en daarom volledig in zuur oplosbaar, werkzaam zijn bij het
- 25 viskeus maken van gebruikelijke zoutoplossingen voor het aardolieveld, zoals de bekende vloeibare samenstelling, die een geleringsmiddel op kleibasis bevat en dat met succes commercieel gebruikt is in gebruikelijke werkzaamheden op het aardolieveld, zoals herbewerkingsvloeistoffen en voltooiingsvloeistoffen. Zoals hiervoor vermeld is oplossing in zuur een belangrijk kenmerk, in het bijzonder bij het
- 30 voltooien van werkzaamheden, aangezien achterblijvende, nietopgeloste vaste stoffen in de vloeistoffen de producerende formatie kunnen beschadigen.

Voorbeeld I

- De toevoeging van een oppervlakactief middel bij het vertragen van sedimentatie en harde samenpakking van HEC in een vloeibare, polymeer bevattende samenstelling (monster A), die geen oppervlakactief middel
- 35 bevatte, werd vergeleken met een vloeibare, polymeer bevattende samenstelling (monster B) met in hoofdzaak dezelfde samenstelling als monster A, maar die bovendien als oppervlakactief middel een polymere vetzuurester bevatte, die op de markt werd gebracht als Solsperse 6000 door ICI. Beide monsters werden gedurende 20 dagen statisch bij 54°C verouderd. Waargenomen werd, dat, terwijl aanzienlijke sedimentatie en harde samenpakking van HEC in monster A plaatshad, er weinig of geen sedimentatie of
- 40 harde samenpakking van HEC in monster B was.

Voorbeeld II

- Een vloeibare, polymeer bevattende samenstelling werd bereid door 53,44 gew.% van een in hoofdzaak
- 45 aromatenvrije minerale olie, verkocht onder de handelsnaam Mentor 28 door Exxon, 0,48 gew.% van een fosforzuurester verkocht als ASP-166, 0,08 gew.% van een natriumaluminaat/natriumhydroxide-oplossing verkocht als ASP-200, 1,00 gew.% van een polymere vetzuurester als oppervlakactief middel verkocht als Solsperse 6000 en 45,00 gew.% HEC met elkaar te mengen. De aldus bereide samenstelling was vrij stromend en vertoonde geen sedimentatie of harde samenpakking na statische veroudering bij 54°C
- 50 gedurende een week, waarbij de samenstelling ook na een week gietbaar bleef. De samenstelling maakte effectief een NaCl-zoutoplossing met een dichtheid van 1,2 kg/dm³ en een CaCl₂-zoutoplossing met een dichtheid van 1,39 kg/dm³ viskeus.

- Dit voorbeeld laat zien, dat de onderhavige uitvinding de bereiding mogelijk maakt van milieuhygiënisch veilige, kleivrije, in zuur dispergeerbare, viskeus makende samenstellingen voor zoutoplossingen. De vloeibare, polymeer bevattende samenstelling kan, aangezien deze stabiel is, d.w.z. minimaal sedimenteren
- 55 of harde samenpakking veroorzaakt, gemakkelijker opgeslagen en gebruikt worden dan formuleringen, waarin het HEC sedimenteert en harde samenpakkingen geeft, hetgeen moeilijke en in het algemeen niet beschikbare mengapparatuur vereist.

Conclusies

1. Vloeibare, gietbare, in water dispergeerbare polymeer bevattende samenstelling die een waterrijk medium kan verdikken, en een vloeistof op oliebasis en een gelerende hoeveelheid van een aluminiumoxa-alkylfosfaat, aluminiumoxa-alkyl-oxa-alkylfosfaat en/of een aluminiumoxa-alkylalkylfosfaat als geleringsmiddel bevat, welk geleringsmiddel voldoet aan de structuurformule van het formuleblad, waarin
- 5 a een geheel getal van 0 t/m 2 is, b een geheel getal van 1 t/m 3 is, c een geheel getal van 1 t/m 5 is, d een geheel getal van 1 t/m 5 is, en de som van $a + b = 3$ is,
 R_1O en R_3O een alkoxi-, alkenyl- of alkenyloxigroep, die 1–18 koolstofatomen bevat, of $CH_2CH(CH_3)O$ of CH_2CH_2O of OH voorstellen,
- 10 R_2O en R_4O een alkoxi-, alkenyloxi- of alkynyloxigroep, die 1–18 koolstofatomen bevat, voorstellen en waarin R_1O en R_2O van elkaar kunnen verschillen, maar tezamen 1 tot 24 koolstofatomen dienen te bevatten, en R_3O en R_4O van elkaar kunnen verschillen, maar tezamen 1–20 koolstofatomen dienen te bevatten, met dien verstande, dat ten minste één van R_1O en R_3O $CH_2CH(CH_3)O$ of CH_2CH_2O dient te
- 15 zijn en voorts met dien verstande dat, wanneer R_1O of R_3O noch $CH_2CH(CH_3)O$ noch CH_2CH_2O voorstelt, dan de respectieve R_2O - en R_4O -groep anders daaraan gebonden doorgehaald moet worden en voorts met dien verstande dat het aantal koolstofatomen in ten minste één van R_1O , R_2O , R_3O en R_4O ten minste 6 is, gekenmerkt doordat de samenstelling een hydroxiethylcellulose en een werkzame hoeveelheid van een oppervlakactief middel, die voldoende is om sedimentatie en harde samenpakking
- 20 van het hydroxiethylcellulose te vertragen, bevat.
2. Samenstelling volgens conclusie 1, gekenmerkt doordat deze omvat:
- hydroxiethylcellulose in een hoeveelheid van 25–55 gew.%;
 - het geleringsmiddel in een hoeveelheid van 0,15–6,0 gew.%;
 - het oppervlakactieve middel in een hoeveelheid van 0,25 tot 4 gew.%.
25
- alle betrokken op het totale gewicht van de samenstelling.
3. Samenstelling volgens conclusie 1 of 2, gekenmerkt doordat het oppervlakactieve middel wordt gekozen uit sorbitanvetzuuresters of polyoxiethyleensorbitanvetzuuresters.

Hierbij 1 blad tekening

