



(12) 发明专利



(10) 授权公告号 CN 119752425 B

(45) 授权公告日 2025. 05. 13

(21) 申请号 202510260465.9

C09K 8/24 (2006.01)

(22) 申请日 2025.03.06

C09K 8/20 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 119752425 A

(56) 对比文件

CN 110607169 A, 2019.12.24

CN 114539994 A, 2022.05.27

(43) 申请公布日 2025.04.04

审查员 梁俊实

(73) 专利权人 山东得顺源石油科技有限公司

地址 257200 山东省东营市河口区蓝色经
济产业园经三路以东、纬十路以北

(72) 发明人 王树永 高锦屏 李晓静 党多多

(74) 专利代理机构 安徽太信知识产权代理有限公司 34309

专利代理师 苏松林

(51) Int. Cl.

C09K 8/03 (2006.01)

C08F 293/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种降滤失剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及滤失剂技术领域,具体涉及一种降滤失剂及其制备方法,其包括如下重量份原料:40-45份磺化腐殖酸、10-12份复合微球、6-8份嵌段聚合物、0.1-0.12份抑菌剂和0.2-0.3份抗氧化剂;通过对腐殖酸进行改性,使其与 β -环糊精交联形成复合微球并与嵌段聚合物结合,解决了降滤失剂的耐高温性能不足的问题,并通过复合微球和嵌段聚合物之间的主客体作用,改善了降滤失剂的抗盐抗钙能力,同时其在高温下,主客体解络合从而可以释放出客体的嵌段聚合物,从而发挥出更好的降滤失性能。

1. 一种降滤失剂的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:称取如下重量份原料:40-45份磺化腐殖酸、10-12份复合微球、6-8份嵌段聚合物、0.1-0.12份抑菌剂和0.2-0.3份抗氧化剂,将磺化腐殖酸、复合微球、嵌段聚合物、抑菌剂和抗氧化剂混合,制得一种降滤失剂;

所述嵌段聚合物通过如下步骤制得:

步骤A1:将对硝基苯胺、盐酸溶液和去离子水混合,在搅拌速率为150-180rpm,温度为0-5℃条件下,搅拌并加入亚硝酸钠,搅拌15-20min,再加入氢氧化钠溶液和苯酚,升温至室温,反应1.5-2h,制得中间体1,将2-[十二烷硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和四氢呋喃混合,在搅拌速率为100-120rpm,室温条件下,搅拌并加入中间体1,反应3-4h,制得中间体2;

步骤A2:将中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和去离子水混合,在氮气保护,温度为70℃条件下,搅拌并加入偶氮二异丁腈,反应6-8h,制得嵌段聚合物;

所述复合微球通过如下步骤制得:

步骤B1:将腐殖酸和氢氧化钾溶液混合,在搅拌速率为180-200rpm,室温条件下,搅拌并加入硝酸铁溶液,搅拌15-20min,再升温至120-125℃,反应3-4h,再加入钠基蒙脱土,超声分散20min,再继续反应2-3h,制得前驱体1;

步骤B2:将前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油混合,在搅拌速率为600-800rpm,室温条件下,搅拌25-30min,制得油相,将β-环糊精和氢氧化钠溶液混合,在搅拌速率为150-180rpm,室温条件下,搅拌并加入环氧氯丙烷,反应1.5-2h,得到水相体系,再将水相体系加入至油相,升温至70℃,反应6-8h,制得复合微球。

2. 根据权利要求1所述的一种降滤失剂的制备方法,其特征在于:步骤A1中:盐酸溶液质量分数为35%,氢氧化钠溶液摩尔浓度为2mol/L,对硝基苯胺、盐酸溶液、去离子水、亚硝酸钠、氢氧化钠溶液和苯酚用量比为0.05-0.054mol:15-18mL:20-25mL:0.054-0.055mol:45-48mL:0.05-0.054mol;2-[十二烷硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和中间体1用量比为0.012-0.015mol:1.8-2g:0.1-0.12g:0.012-0.015mol。

3. 根据权利要求1所述的一种降滤失剂的制备方法,其特征在于:步骤A2中:中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和偶氮二异丁腈用量比为0.0008-0.001mol:0.01-0.012mol:0.28-0.3mol:0.09-0.1mol:0.01g。

4. 根据权利要求1所述的一种降滤失剂的制备方法,其特征在于:步骤B1中:氢氧化钾溶液摩尔浓度为4mol/L,硝酸铁溶液摩尔浓度为0.25mol/L,腐殖酸、氢氧化钾溶液、硝酸铁溶液和钠基蒙脱土用量比为0.8-1g:5-8mL:220-240mL:3.2-3.5g。

5. 根据权利要求1所述的一种降滤失剂的制备方法,其特征在于:步骤B2中:前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油用量比为3.2-3.5g:1.5-2g:1.5-2g:50-60mL,氢氧化钠溶液质量分数为20%,β-环糊精、氢氧化钠溶液、环氧氯丙烷和油相用量比为9.8-10.4g:50-60mL:13-14g:150-160mL。

6. 一种降滤失剂,其特征在于:根据权利要求1-5任一所述制备方法制备而成。

一种降滤失剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及滤失剂技术领域,具体涉及一种降滤失剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着钻井工程技术的发展,钻井深度逐渐增加,钻遇地层日益复杂,对钻井液的性能提出了更高的要求,而在这之中钻井液的降滤失性能显得尤为重要,目前常用的水基钻井液用降滤失剂,如淀粉类、腐殖酸类天然材料降滤失剂,由于天然材料本身的局限,使得此类降滤失剂,如磺化腐殖酸耐高温能力较低,在深井或超深井的使用过程中往往因高温失效,同时此类降滤失剂的抗盐抗钙能力差,不能广泛应用,无法满足日益提高的市场需求。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种降滤失剂及其制备方法,通过对腐殖酸进行改性,使其与 β -环糊精交联形成复合微球并与嵌段聚合物结合,解决了降滤失剂的耐高温性能不足的问题,并通过复合微球和嵌段聚合物之间的主客体作用,改善了降滤失剂的抗盐抗钙能力,同时其在高温下,主客体解络合从而可以释放出客体的嵌段聚合物,从而发挥出更好的降滤失性能。

[0004] 本发明的目的可以通过以下技术方案实现:一种降滤失剂及其制备方法,其包括如下步骤:称取如下重量份原料:40-45份磺化腐殖酸、10-12份复合微球、6-8份嵌段聚合物、0.1-0.12份抑菌剂和0.2-0.3份抗氧化剂,将磺化腐殖酸、复合微球、嵌段聚合物、抑菌剂和抗氧化剂混合,制得一种降滤失剂;

[0005] 所述磺化腐殖酸为雷恩环保磺化腐殖酸;

[0006] 所述抑菌剂为海扩HK-8360 ;

[0007] 所述抗氧化剂为巴斯夫Irganox 1330 ;

[0008] 所述嵌段聚合物通过如下步骤制得:

[0009] 步骤A1:将对硝基苯胺、盐酸溶液和去离子水混合,在搅拌速率为150-180rpm,温度为0-5℃条件下,搅拌并加入亚硝酸钠,搅拌15-20min,再加入氢氧化钠溶液和苯酚,升温至室温,反应1.5-2h,制得中间体1,将2-[十二烷基(硫代烷基)烷基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和四氢呋喃混合,在搅拌速率为100-120rpm,室温条件下,搅拌并加入中间体1,反应3-4h,制得中间体2;

[0010] 盐酸溶液质量分数为35%,氢氧化钠溶液摩尔浓度为2mol/L,对硝基苯胺、盐酸溶液、去离子水、亚硝酸钠、氢氧化钠溶液和苯酚用量比为0.05-0.054mol:15-18mL:20-25mL:0.054-0.055mol:45-48mL:0.05-0.054mol;2-[十二烷基(硫代烷基)烷基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和中间体1用量比为0.012-0.015mol:1.8-2g:0.1-0.12g:0.012-0.015mol;

[0011] 反应过程中,在盐酸溶液和亚硝酸钠的作用下,对硝基苯胺被重氮化,再与苯酚反

应,形成偶氮结构,制得中间体1,再在二环己基碳二亚胺和4-二甲氨基吡啶的作用下,中间体1中羟基与2-[十二烷基硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸中羧基反应,形成酯基,制得中间体2;

[0012] 步骤A2:将中间体2、N-乙基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和去离子水混合,在氮气保护,温度为70℃条件下,搅拌并加入偶氮二异丁腈,反应6-8h,制得嵌段聚合物;

[0013] 中间体2、N-乙基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和偶氮二异丁腈用量比为0.0008-0.001mol:0.01-0.012mol:0.28-0.3mol:0.09-0.1mol:0.01g;

[0014] 反应过程中,在偶氮二异丁腈的作用下,以含有三硫代碳酸酯结构的中间体2为链转移剂,通过可逆加成-断裂链转移方法,在引发剂偶氮二异丁腈的作用下,与含有双键的N-乙基吡咯烷酮、丙烯酰胺和2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸反应,制得嵌段聚合物;

[0015] 所述复合微球通过如下步骤制得:

[0016] 步骤B1:将腐殖酸和氢氧化钾溶液混合,在搅拌速率为180-200rpm,室温条件下,搅拌并加入硝酸铁溶液,搅拌15-20min,再升温至120-125℃,反应3-4h,再加入钠基蒙脱土,超声分散20min,再继续反应2-3h,制得前驱体1;

[0017] 氢氧化钾溶液摩尔浓度为4mol/L,硝酸铁溶液摩尔浓度为0.25mol/L,腐殖酸、氢氧化钾溶液、硝酸铁溶液和钠基蒙脱土用量比为0.8-1g:5-8mL:220-240mL:3.2-3.5g;

[0018] 所述腐殖酸为雷恩环保腐殖酸;

[0019] 所述钠基蒙脱土为博瑞800目钠基蒙脱土;

[0020] 反应过程中,以硝酸铁为铁源,通过水热法形成羟基氧化铁结构,并与腐殖酸复合,沉积于钠基蒙脱土表面和片层之间,制得前驱体1;

[0021] 步骤B2:将前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油混合,在搅拌速率为600-800rpm,室温条件下,搅拌25-30min,制得油相,将 β -环糊精和氢氧化钠溶液混合,在搅拌速率为150-180rpm,室温条件下,搅拌并加入环氧氯丙烷,反应1.5-2h,得到水相体系,再将水相体系加入至油相,升温至70℃,反应6-8h,制得复合微球;

[0022] 前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油用量比为3.2-3.5g:1.5-2g:1.5-2g:50-60mL,氢氧化钠溶液质量分数为20%, β -环糊精、氢氧化钠溶液、环氧氯丙烷和油相用量比为9.8-10.4g:50-60mL:13-14g:150-160mL;

[0023] 反应过程中,在氢氧化钠溶液中, β -环糊精中羟基与环氧氯丙烷中环氧基团发生开环反应,再加入油相,同时通过反相乳化法,使得前驱体1中腐殖酸中含氧基团与环氧氯丙烷继续反应,同时与 β -环糊精反应,从而交联成球,制得复合微球;

[0024] 本发明的有益效果:本发明公开了一种降滤失剂及其制备方法,通过对腐殖酸进行改性,使其与 β -环糊精交联形成复合微球,解决了降滤失剂的耐高温性能不足的问题,并通过复合微球和嵌段聚合物之间的主客体作用,改善了降滤失剂的抗盐抗钙能力,同时其在高温下,主客体解络合从而可以释放出客体的嵌段聚合物,从而发挥出更好的降滤失性能;通过交联改性,含有腐殖酸的前驱体1与 β -环糊精交联形成复合微球,其三维立体结构可以极大地提高其分子结构的强度,且由于 β -环糊精特殊的外腔亲水、内腔疏水的特性,进一步提高了复合微球的热稳定性能,而在高温条件下,随着端硝基偶氮苯的嵌段聚合物与含环糊精结构的复合微球的主客体结合的解离,含有N-乙基吡咯烷酮、丙烯酰胺和2-丙

烯酰胺-2-甲基丙磺酸结构的嵌段聚合物被释放,从而与黏土颗粒以氢键形成吸附,形成黏土-分子链-水分子结构,以形成致密的泥饼,从而体现出良好的降滤失性能,而其主客体未解离前,由于其本身的丙磺酸阴离子基团以及其端偶氮硝基苯的存在,使得其能保持良好的抗盐抗钙性能。

具体实施方式

[0025] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

[0026] 实施例1 一种降滤失剂及其制备方法,其包括如下步骤:称取如下重量份原料:40份磺化腐殖酸、10份复合微球、8份嵌段聚合物、0.1份抑菌剂和0.2份抗氧化剂,将磺化腐殖酸、复合微球、嵌段聚合物、抑菌剂和抗氧化剂混合,制得一种降滤失剂;

[0027] 所述磺化腐殖酸为雷恩环保磺化腐殖酸;

[0028] 所述抑菌剂为海扩HK-8360 ;

[0029] 所述抗氧化剂为巴斯夫Irganox 1330 ;

[0030] 所述嵌段聚合物通过如下步骤制得:

[0031] 步骤A1:将对硝基苯胺、盐酸溶液和去离子水混合,在搅拌速率为150rpm,温度为0℃条件下,搅拌并加入亚硝酸钠,搅拌15min,再加入氢氧化钠溶液和苯酚,升温至室温,反应1.5h,制得中间体1,将2-[十二烷硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和四氢呋喃混合,在搅拌速率为100rpm,室温条件下,搅拌并加入中间体1,反应3h,制得中间体2;

[0032] 盐酸溶液质量分数为35%,氢氧化钠溶液摩尔浓度为2mol/L,对硝基苯胺、盐酸溶液、去离子水、亚硝酸钠、氢氧化钠溶液和苯酚用量比为0.05mol:15mL:20mL:0.054mol:45mL:0.05mol;2-[十二烷硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和中间体1用量比为0.012mol:1.8g:0.1g:0.012mol;

[0033] 步骤A2:将中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和去离子水混合,在氮气保护,温度为70℃条件下,搅拌并加入偶氮二异丁腈,反应6h,制得嵌段聚合物;

[0034] 中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和偶氮二异丁腈用量比为0.0008mol:0.01mol:0.28mol:0.09mol:0.01g;

[0035] 所述复合微球通过如下步骤制得:

[0036] 步骤B1:将腐殖酸和氢氧化钾溶液混合,在搅拌速率为200rpm,室温条件下,搅拌并加入硝酸铁溶液,搅拌15min,再升温至125℃,反应3h,再加入钠基蒙脱土,超声分散20min,再继续反应2h,制得前驱体1;

[0037] 氢氧化钾溶液摩尔浓度为4mol/L,硝酸铁溶液摩尔浓度为0.25mol/L,腐殖酸、氢氧化钾溶液、硝酸铁溶液和钠基蒙脱土用量比为1g:5mL:240mL:3.2g;

[0038] 所述腐殖酸为雷恩环保腐殖酸;

[0039] 所述钠基蒙脱土为博瑞800目钠基蒙脱土;

[0040] 步骤B2:将前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油混合,在搅拌速率为600rpm,室温条件下,搅拌30min,制得油相,将 β -环糊精和氢氧化钠溶液混合,在搅拌速率为180rpm,室温条件下,搅拌并加入环氧氯丙烷,反应1.5h,得到水相体系,再将水相体系加入至油相,升温至70℃,反应8h,制得复合微球;

[0041] 前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油用量比为3.2g:2g:1.5g:60mL,氢氧化钠溶液质量分数为20%, β -环糊精、氢氧化钠溶液、环氧氯丙烷和油相用量比为10.4g:50mL:14g:150mL。

[0042] 实施例2 一种降滤失剂及其制备方法,其包括如下步骤:称取如下重量份原料:45份磺化腐殖酸、12份复合微球、6份嵌段聚合物、0.12份抑菌剂和0.2份抗氧化剂,将磺化腐殖酸、复合微球、嵌段聚合物、抑菌剂和抗氧化剂混合,制得一种降滤失剂;

[0043] 所述磺化腐殖酸为雷恩环保磺化腐殖酸;

[0044] 所述抑菌剂为海扩HK-8360 ;

[0045] 所述抗氧化剂为巴斯夫Irganox 1330 ;

[0046] 所述嵌段聚合物通过如下步骤制得:

[0047] 步骤A1:将对硝基苯胺、盐酸溶液和去离子水混合,在搅拌速率为150rpm,温度为5℃条件下,搅拌并加入亚硝酸钠,搅拌20min,再加入氢氧化钠溶液和苯酚,升温至室温,反应1.5h,制得中间体1,将2-[十二烷硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和四氢呋喃混合,在搅拌速率为120rpm,室温条件下,搅拌并加入中间体1,反应3h,制得中间体2;

[0048] 盐酸溶液质量分数为35%,氢氧化钠溶液摩尔浓度为2mol/L,对硝基苯胺、盐酸溶液、去离子水、亚硝酸钠、氢氧化钠溶液和苯酚用量比为0.054mol:18mL:20mL:0.055mol:45mL:0.054mol;2-[十二烷硫基(硫代羰基)硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和中间体1用量比为0.015mol:1.8g:0.1g:0.015mol;

[0049] 步骤A2:将中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和去离子水混合,在氮气保护,温度为70℃条件下,搅拌并加入偶氮二异丁腈,反应6h,制得嵌段聚合物;

[0050] 中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和偶氮二异丁腈用量比为0.001mol:0.01mol:0.3mol:0.09mol:0.01g;

[0051] 所述复合微球通过如下步骤制得:

[0052] 步骤B1:将腐殖酸和氢氧化钾溶液混合,在搅拌速率为180rpm,室温条件下,搅拌并加入硝酸铁溶液,搅拌15min,再升温至120℃,反应3h,再加入钠基蒙脱土,超声分散20min,再继续反应2h,制得前驱体1;

[0053] 氢氧化钾溶液摩尔浓度为4mol/L,硝酸铁溶液摩尔浓度为0.25mol/L,腐殖酸、氢氧化钾溶液、硝酸铁溶液和钠基蒙脱土用量比为0.8g:5mL:220mL:3.2g;

[0054] 所述腐殖酸为雷恩环保腐殖酸;

[0055] 所述钠基蒙脱土为博瑞800目钠基蒙脱土;

[0056] 步骤B2:将前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油混合,在搅拌速率为600rpm,室温条件下,搅拌25min,制得油相,将 β -环糊精和氢氧化钠溶液混合,在搅拌速率为150rpm,室温条件下,搅拌并加入环氧氯丙烷,反应1.5h,得到水相体系,再将水相体系加入至油相,升温

至70℃,反应6h,制得复合微球;

[0057] 前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油用量比为3.2g:1.5g:1.5g:50mL,氢氧化钠溶液质量分数为20%, β -环糊精、氢氧化钠溶液、环氧氯丙烷和油相用量比为9.8g:50mL:13g:150mL。

[0058] 实施例3 一种降滤失剂及其制备方法,其包括如下步骤:称取如下重量份原料:45份磺化腐殖酸、12份复合微球、8份嵌段聚合物、0.12份抑菌剂和0.3份抗氧化剂,将磺化腐殖酸、复合微球、嵌段聚合物、抑菌剂和抗氧化剂混合,制得一种降滤失剂;

[0059] 所述磺化腐殖酸为雷恩环保磺化腐殖酸;

[0060] 所述抑菌剂为海扩HK-8360 ;

[0061] 所述抗氧化剂为巴斯夫Irganox 1330 ;

[0062] 所述嵌段聚合物通过如下步骤制得:

[0063] 步骤A1:将对硝基苯胺、盐酸溶液和去离子水混合,在搅拌速率为180rpm,温度为5℃条件下,搅拌并加入亚硝酸钠,搅拌20min,再加入氢氧化钠溶液和苯酚,升温至室温,反应2h,制得中间体1,将2-[十二烷基(硫代羰基) 硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和四氢呋喃混合,在搅拌速率为120rpm,室温条件下,搅拌并加入中间体1,反应4h,制得中间体2;

[0064] 盐酸溶液质量分数为35%,氢氧化钠溶液摩尔浓度为2mol/L,对硝基苯胺、盐酸溶液、去离子水、亚硝酸钠、氢氧化钠溶液和苯酚用量比为0.054mol:18mL:25mL:0.055mol:48mL:0.054mol;2-[十二烷基(硫代羰基) 硫基]-2-甲基丙酸、二环己基碳二亚胺、4-二甲氨基吡啶和中间体1用量比为0.015mol:2g:0.12g:0.015mol;

[0065] 步骤A2:将中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和去离子水混合,在氮气保护,温度为70℃条件下,搅拌并加入偶氮二异丁腈,反应8h,制得嵌段聚合物;

[0066] 中间体2、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酰胺、2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸和偶氮二异丁腈用量比为0.001mol:0.012mol:0.3mol:0.1mol:0.01g;

[0067] 所述复合微球通过如下步骤制得:

[0068] 步骤B1:将腐殖酸和氢氧化钾溶液混合,在搅拌速率为200rpm,室温条件下,搅拌并加入硝酸铁溶液,搅拌20min,再升温至125℃,反应4h,再加入钠基蒙脱土,超声分散20min,再继续反应3h,制得前驱体1;

[0069] 氢氧化钾溶液摩尔浓度为4mol/L,硝酸铁溶液摩尔浓度为0.25mol/L,腐殖酸、氢氧化钾溶液、硝酸铁溶液和钠基蒙脱土用量比为1g:8mL:240mL:3.5g;

[0070] 所述腐殖酸为雷恩环保腐殖酸;

[0071] 所述钠基蒙脱土为博瑞800目钠基蒙脱土;

[0072] 步骤B2:将前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油混合,在搅拌速率为800rpm,室温条件下,搅拌30min,制得油相,将 β -环糊精和氢氧化钠溶液混合,在搅拌速率为180rpm,室温条件下,搅拌并加入环氧氯丙烷,反应2h,得到水相体系,再将水相体系加入至油相,升温至70℃,反应8h,制得复合微球;

[0073] 前驱体1、吐温-20、司班-60和煤油用量比为3.5g:2g:2g:50-60mL,氢氧化钠溶液质量分数为20%, β -环糊精、氢氧化钠溶液、环氧氯丙烷和油相用量比为10.4g:60mL:14g:

160mL。

[0074] 对比例1 本对比例与实施例3相比,将实施例3嵌段聚合物制备过程中实施例3中间体1替换为苯酚,其他步骤相同。

[0075] 对比例2 本对比例与实施例3相比,将实施例3复合微球制备过程中实施例3前驱体1替换为博瑞800目钠基蒙脱土,其他步骤相同。

[0076] 取实施例1、实施例2、实施例3、对比例1和对比例2制得的降滤失剂,将降滤失剂与水混合,在室温条件下,搅拌30min,得到混合液,参考GB/T 16783.1-2014,将600mL去离子水、22g膨润土和4g无水碳酸钠,在搅拌速率为6000rpm条件下,搅拌60min,制得淡水浆,在淡水浆中加入质量分数为1.5%的混合液,混合搅拌,将其在温度在140℃条件下热滚16h,测定其30min时滤失量,再测定其180℃条件下热滚16h后,在30min时滤失量,以评定其耐高温性能,在淡水浆中加入质量分数为30%的氯化钠和质量分数为1%的氯化钙,制得盐水浆,测定其在盐水浆中180℃条件下热滚16h后,在30min时滤失量,以评定其抗盐抗钙性能,检测结果如下表1 检测结果表:

[0077] 表1 检测结果表

[0078]

检测项目	实施例1	实施例2	实施例3	对比例1	对比例2
淡水浆140℃滤失量 (mL)	10.8	10.6	10.5	13.5	10.7
淡水浆180℃滤失量 (mL)	11.7	11.8	11.6	14.7	13.8
盐水浆180℃滤失量 (mL)	17.9	17.5	17.4	21.4	19.2

[0079] 由所示表格检测结果可知,将实施例1、实施例2和实施例3与对比例1及对比例2进行比较,对比例1将实施例3嵌段聚合物制备过程中实施例3中间体1替换为苯酚,由于缺少偶氮苯结构,导致其无法发生主客体结合,进而导致其性能出现下降,对比例2将实施例3复合微球制备过程中实施例3前驱体1替换为博瑞800目钠基蒙脱土,由于缺少腐殖酸,导致其无法交联,进而影响其耐高温性能。

[0080] 在说明书的描述中,参考术语“一个实施例”、“示例”、“具体示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任何一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

[0081] 以上内容仅仅是对本发明的构思所作的举例和说明,所属本技术领域的技术人员对所描述的具体实施例做各种各样的修改或补充或采用类似的方式替代,只要不偏离发明的构思,均应属于本发明的保护范围。