



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0047492

(51)^{2021.01} C09K 8/594

(13) B

(21) 1-2022-03999

(22) 26/11/2020

(86) PCT/JP2020/044098 26/11/2020

(87) WO 2021/107048 03/06/2021

(30) 2019-215612 28/11/2019 JP

(45) 25/06/2025 447

(43) 25/11/2022 416A

(73) 1. INPEX CORPORATION (JP)

Akasaka Biz Tower, 5-3-1, Akasaka, Minato-ku, Tokyo 1076332, Japan

2. HIROSAKI UNIVERSITY (JP)

1, Bunkyo-cho, Hirosaki-shi, Aomori 0368560, Japan

3. NISSAN CHEMICAL CORPORATION (JP)

5-1, Nihonbashi 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 1036119, Japan

(72) HIRAOKA, Takashi (JP); YONEBAYASHI, Hideharu (JP); MIYAGAWA, Yoshihiro (JP); SAGISAKA, Masanobu (JP); ABE, Masashi (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP THU HỒI DẦU THÔ

(21) 1-2022-03999

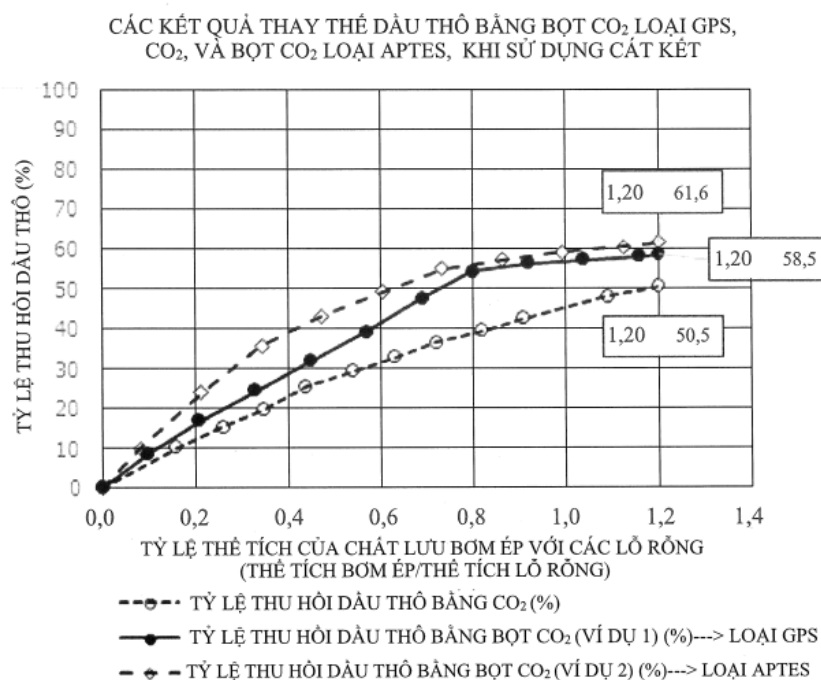
(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi dầu thô để thu hồi dầu thô từ vỉa chứa hydrocacbon dưới đất, trong đó phương pháp này bao gồm:

bước (a): bước bơm ép luân phiên hoặc đồng thời dung dịch keo trong nước, nước và cacbon dioxit vào trong vỉa chứa dầu dưới đất;

trong đó dung dịch keo trong nước bao gồm các hạt silic oxit có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 100nm như được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học và có các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân, trong đó nhóm có thể thủy phân được chọn từ nhóm bao gồm nhóm alkoxy, nhóm axyloxy và nhóm halogen, các hạt silic oxit đóng vai trò là thể phân tán và được phân tán trong dung môi trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 đóng vai trò là môi trường phân tán; và

bước (b): bước thu hồi dầu được đưa lên bề mặt từ giếng sản xuất dầu được khoan vào vỉa chứa dầu dưới đất, sau bước bơm ép.

FIG 18



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

[0001] Sáng chế đề cập đến dung dịch keo trong nước được sử dụng trong phương pháp làm tràn ngập bột CO₂ là một trong số các phương pháp làm tràn ngập tăng cường thu hồi dầu (dưới đây được gọi là “EOR” (enhanced oil recovery)) để thu hồi dầu thô bằng cách bơm ép CO₂ vào trong vỉa chứa dầu của mỏ dầu trên bờ hoặc ngoài khơi.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

[0002] Quá trình thu hồi (khai thác) dầu thô từ vỉa chứa dầu được thực hiện trong ba giai đoạn; nghĩa là, thu hồi bậc một, bậc hai, và bậc ba (hoặc EOR (tăng cường thu hồi dầu)), trong đó các phương pháp thu hồi khác nhau được sử dụng trong từng giai đoạn.

Phương pháp thu hồi bậc một bao gồm sản xuất không hạn chế, sử dụng áp lực và trọng lượng ban đầu trong vỉa chứa dầu, và ngoài ra là lực nâng nhân tạo, sử dụng kỹ thuật khai thác dầu nhân tạo như bơm. Tỷ lệ thu hồi dầu thô trong giai đoạn thu hồi bậc một, bằng cách phối hợp các phương pháp này được cho là tối đa chỉ khoảng 20%. Phương pháp thu hồi bậc hai bao gồm quá trình làm tràn ngập nước hoặc duy trì áp suất vỉa chứa, trong đó nước hoặc khí tự nhiên được bơm ép để duy trì áp suất vỉa chứa và để tăng sản lượng dầu sau khi sản lượng giảm trong giai đoạn thu hồi bậc một. Ngay cả với việc phối hợp quá trình thu hồi bậc một và bậc hai, tỷ lệ thu hồi dầu thô được ước tính bằng khoảng 40%, và phần lớn dầu thô còn lại trong vỉa chứa dầu dưới mặt đất. Do đó, phương pháp thu hồi bậc ba; nghĩa là, phương pháp tăng cường thu hồi dầu (làm tràn ngập EOR), đã được phát triển để thu hồi dầu thô hiệu suất cao hơn, và để thu hồi nhiều dầu thô hơn từ các vỉa chứa dầu trong đó dầu thô có đã được thu hồi từ các khe hở để thu hồi.

[0003] Công nghệ EOR bao gồm làm tràn ngập nhiệt, làm tràn ngập khí, làm tràn ngập vi sinh vật, và làm tràn ngập hóa học. Trong số chúng, làm tràn ngập khí (còn được gọi là “làm tràn ngập khí có thể trộn lẫn”) tạo ra trạng thái có thể trộn lẫn (trạng thái hỗn hợp trong điều kiện áp suất siêu tới hạn) giữa khí bơm ép (chất lưu) và dầu, để bằng cách đó cải thiện tỷ lệ thu hồi dầu thô còn lại trong các vi lỗ rỗng của đá chứa. Trong quá trình làm tràn ngập khí, chẳng hạn, khí hydrocacbon, cacbon dioxit (CO_2), khí nitơ, hoặc khí thải đốt cháy được tạo ra trong quá trình sản xuất dầu được sử dụng cho việc bơm ép, và do đó khí được khai thác từ vỉa chứa dầu có thể được sử dụng lại nguyên trạng, và CO_2 trong khí thải phát ra từ, chẳng hạn, các nhà máy lọc dầu hoặc các nhà máy điện có thể được thu hồi và sử dụng. Do đó, phương pháp làm tràn ngập khí góp phần sử dụng hiệu quả tài nguyên có sẵn trong khi gia tăng tỷ lệ thu hồi dầu thô. Ngoài ra, phương pháp làm tràn ngập khí đã nhận được sự chú ý như một kỹ thuật có thể góp phần làm giảm lượng khí nhà kính được thải ra, nghĩa là, biện pháp chống lại sự nóng lên toàn cầu.

Trong quá trình làm tràn ngập khí, khí bơm ép có xu hướng khuếch tán theo các khe hở lớn hơn trong vỉa chứa dầu và ít có khả năng đi vào các khe hở nhỏ hơn, do tính linh động cao của khí bơm ép. Do đó, quá trình bơm ép nước luân phiên khí (water alternating gas, WAG), trong đó khí và nước được bơm ép luân phiên, cũng đã được áp dụng để làm giảm tính linh động cao của khí bơm ép.

[0004] Việc làm tràn ngập bọt CO_2 , được dự định để cải thiện hiệu suất thu hồi nhờ kiểm soát tính linh động, đã được đề xuất làm công nghệ của thế hệ tiếp theo của phương pháp làm tràn ngập khí CO_2 đã nêu ở trên. Trong phương pháp làm tràn ngập này, độ nhớt của chất lưu bơm ép được tăng lên bằng cách tạo ra bọt CO_2 , và độ nhớt tương đối của dầu thô (nghĩa là, chất lưu cần được thay

thể) được làm cho tương đối thấp hơn, để bằng cách đó cải thiện tỷ lệ linh động và để cải thiện hiệu suất thu hồi dầu thô còn lại trong các vi lỗ rỗng của đá chứa.

Chẳng hạn, về việc làm tràn ngập bọt CO₂, tài liệu phi sáng chế 1 bộc lộ kỹ thuật sử dụng các hạt nano silic oxit cải biến bởi silan có sẵn trên thị trường, và tài liệu phi sáng chế 2 bộc lộ kỹ thuật sử dụng các hạt nano silic oxit mà có các bề mặt được ghép với phối tử. Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ bọt để tăng cường thu hồi dầu, bọt này chứa chế phẩm tạo bọt chứa các hạt nano silic oxit được cải biến bề mặt và chất tạo bọt (ví dụ, khí nitơ). Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp để thu hồi dầu thô bằng cách sử dụng nhũ tương được làm ổn định bằng các hạt nano lưỡng phần chứa các hạt nano silic oxit và các hạt nano kim loại.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

[0005] Tài liệu sáng chế 1: JP 2005-526887 A

Tài liệu sáng chế 2: WO 2015/116332

Tài liệu phi sáng chế

[0006] Tài liệu phi sáng chế 1: A. U. Rongmo (University of Bergen) et al., "Performance of Silica Nanoparticles in CO₂-Foam for EOR and CCUS at Tough Reservoir Conditions", Society of Petroleum Engineers (2018) SPE-191318-MS, Society of Petroleum Engineers

Tài liệu phi sáng chế 2: Shehab Alzobaidi (University of Texas at Austin) et al., "Carbon Dioxide-in-Brine Foams at High Temperatures and Extreme Salinities Stabilized with Silica Nanoparticles", Energy & Fuels 2017 31 10680-10690

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

[0007] Trong quá trình thu hồi dầu thô, chất lưu (như bột) được bơm ép vào trong các vỉa chứa dầu dưới đất hoặc dưới biển thường được tạo ra sau vài tháng trôi qua sau khi bơm ép. Do đó, đã nảy sinh nhu cầu đối với chất lưu mà thể hiện hiệu quả thu hồi dầu thô tăng cường và ổn định trong vài chục ngày đến vài tháng ngay cả trong các điều kiện khắc nghiệt bất thường, như tiếp xúc với nhiệt độ cao 100°C hoặc ở đó, áp suất cao trên 100atm (10132,5kPa), và nước biển hoặc nước muối chứa các ion natri, các ion canxi, các ion clo, v.v., ở các nồng độ cao.

Mặc dù các kỹ thuật khác nhau sử dụng, chẳng hạn, các hạt nano silic oxit đã được bộc lộ trong phương pháp làm tràn ngập bột CO_2 để tăng cường thu hồi dầu (EOR) như đã mô tả ở trên, không có báo cáo nào về, chẳng hạn, tính ổn định của bột CO_2 , đặc biệt ở áp suất và nhiệt độ cao, hoặc các dung dịch keo chứa các hạt nano silic oxit.

[0008] Sáng chế đề cập đến dung dịch keo trong nước được sử dụng trong phương pháp làm tràn ngập bột CO_2 trong số các phương pháp làm tràn ngập EOR để thu hồi dầu thô bằng cách bơm ép vào trong vỉa chứa dầu của mỏ dầu trên bờ hoặc ngoài khơi. Cụ thể, đối tượng của sáng chế là đề xuất dung dịch keo trong nước được sử dụng để tăng tính ổn định của bột trong khoảng thời gian dài, ở các nhiệt độ và áp suất cao, và trong nước muối, và để cải thiện tỷ lệ thu hồi dầu thô.

Một mục đích khác của sáng chế là đề xuất phương pháp thu hồi dầu thô bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước đã nêu ở trên, và phương pháp sản xuất dung dịch keo trong nước.

Cách thức giải quyết các vấn đề

[0009] Các tác giả sáng chế đã thực hiện các nghiên cứu sâu rộng để giải quyết các vấn đề đã nêu ở trên, và kết quả là đã phát hiện ra rằng dung dịch keo trong nước trong đó các hạt silic oxit (đóng vai trò là thể phân tán) có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 100nm và các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân được phân tán trong dung môi trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 đóng vai trò là môi trường phân tán có thể tăng tính ổn định của bột trong khoảng thời gian dài, ở các nhiệt độ và áp suất cao, và trong nước muối, dẫn đến cải thiện tỷ lệ thu hồi dầu thô. Sáng chế đã được hoàn thành dựa trên phát hiện này.

[0010] Do đó, khía cạnh thứ nhất của sáng chế là dung dịch keo trong nước để tăng tính ổn định của bột hoặc nhũ tương trong hỗn hợp chứa cacbon dioxit, nước, và dầu trong quá trình làm tràn ngập bột CO₂ của phương pháp tăng cường thu hồi dầu (EOR), trong đó dung dịch keo trong nước này bao gồm:

các hạt silic oxit có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 100nm như được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học và có các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân, các hạt silic oxit này đóng vai trò là thể phân tán và được phân tán trong dung môi trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 đóng vai trò là môi trường phân tán.

Khía cạnh thứ hai của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh thứ nhất, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân là hợp chất silan có nhóm epoxy hoặc nhóm hữu cơ được sản xuất bằng cách thủy phân nhóm epoxy.

Khía cạnh thứ ba của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh thứ hai, trong đó nhóm epoxy là nhóm glycidyl, nhóm cyclohexylepoxy,

hoặc sự kết hợp của các nhóm này.

Khía cạnh thứ tư của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh thứ nhất, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân là hợp chất silan có nhóm amino.

Khía cạnh thứ năm của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ tư, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân còn chứa hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân.

Khía cạnh thứ sáu của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh thứ năm, trong đó hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân là hợp chất silan có nhóm hữu cơ chứa nhóm C₁₋₄₀ alkyl, nhóm C₆₋₄₀ vòng thơm, hoặc sự kết hợp của các nhóm này.

Khía cạnh thứ bảy của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ sáu, trong đó tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan với các hạt silic oxit nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2,00:1,00 trong các hạt silic oxit có các bề mặt ít nhất được bao một phần.

Khía cạnh thứ tám của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ bảy, trong đó dung dịch keo trong nước không có điểm đẳng điện ở độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 6.

Khía cạnh thứ chín của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ tám, trong đó khi dung dịch keo trong nước trải qua thử nghiệm bảo quản ở 80°C trong 30 ngày trong môi trường chứa natri clorua, canxi clorua, và magie clorua dưới dạng các thành phần chính và có tổng nồng độ muối nằm trong khoảng từ 10000 đến 230000ppm sao cho nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, thì mức chênh lệch giữa đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh

sáng động học sau khi thử nghiệm và đường kính hạt trung bình trước khi thử nghiệm nhỏ hơn hoặc bằng 200nm trong dung dịch keo trong nước.

Khía cạnh thứ mười của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ chín, trong đó dung dịch keo trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 khi phủ các hạt silic oxit bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân trong môi trường nước, và khi dung dịch keo trong nước được bảo quản ở độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 trải qua thử nghiệm bảo quản ở độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 5,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 8,0 ở 80°C trong 30 ngày trong môi trường chứa natri clorua, canxi clorua, và magie clorua dưới dạng các thành phần chính và có tổng nồng độ muối nằm trong khoảng từ 10000 đến 230000ppm sao cho nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, thì mức chênh lệch giữa đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học sau khi thử nghiệm và đường kính hạt trung bình trước khi thử nghiệm nhỏ hơn hoặc bằng 200nm trong dung dịch keo trong nước.

Khía cạnh thứ mười một của sáng chế là dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ mười, trong đó bột hoặc nhũ tương ổn định ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 120°C và áp suất nằm trong khoảng từ 70 đến 400atm (7092,75 đến 40530kPa).

Khía cạnh thứ mười hai của sáng chế là phương pháp thu hồi dầu thô để thu hồi dầu thô từ vỉa chứa hydrocacbon dưới đất, trong đó phương pháp này bao gồm:

bước (a): bước bơm ép dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ mười một, nước và cacbon dioxit mỗi chất luân phiên hoặc đồng thời vào trong vỉa chứa dầu dưới đất; và

bước (b): bước mà dầu được thu hồi đưa lên bề mặt từ giếng sản xuất dầu được khoan vào vỉa chứa dầu dưới đất.

Khía cạnh thứ mười ba của sáng chế là phương pháp thu hồi dầu thô theo khía cạnh thứ mười hai, trong đó bước (a) là bước bơm ép dung dịch keo trong nước và nước, và cacbon dioxid luân phiên vào vỉa chứa dầu dưới đất.

Khía cạnh thứ mười bốn của sáng chế là phương pháp thu hồi dầu thô theo khía cạnh thứ mười hai hoặc thứ mười ba, trong đó quá trình bơm ép trong bước (a) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 120°C và áp suất nằm trong khoảng từ 70 đến 400atm (7092,75 đến 40530kPa).

Khía cạnh thứ mười lăm của sáng chế là phương pháp thu hồi dầu thô theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ mười hai đến thứ mười bốn, trong đó vỉa chứa dầu dưới đất chứa cát kết.

Khía cạnh thứ mười sáu của sáng chế là phương pháp thu hồi dầu thô theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ mười hai đến thứ mười bốn, trong đó vỉa chứa dầu dưới đất chứa các đá cacbonat.

Khía cạnh thứ mười bảy của sáng chế là phương pháp sản xuất dung dịch keo trong nước theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ mười một, dung dịch keo trong nước này chứa, làm thể phân tán, các hạt silic oxit có các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân, trong đó phương pháp sản xuất này bao gồm bước trộn dung dịch keo trong nước của silic oxit dạng keo không cải biến với hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan với các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo trong nước nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2:1,00, và xử lý hỗn hợp ở độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6 trong từ 0,1 giờ đến 20 giờ.

Khía cạnh thứ mười tám của sáng chế là phương pháp sản xuất theo

khía cạnh thứ mười bảy, trong đó bước trộn dung dịch keo trong nước của silic oxit dạng keo không cải biến với hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân và xử lý hỗn hợp được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C.

Hiệu quả có lợi của sáng chế

[0011] Dung dịch keo trong nước của sáng chế có thể tạo ra và duy trì ổn định bột CO₂ mịn trong khoảng thời gian dài ở các nhiệt độ cao (30 đến 120°C), các áp suất cao (70 đến 400atm (7092,75 đến 40530kPa)), và các nồng độ muối khác nhau (10000 đến 230000ppm).

Sự hình thành của bột CO₂ thể hiện tính ổn định lâu dài vượt trội và tính bền muối làm tăng độ nhớt của chất lưu (bột CO₂) cần được bơm ép vào trong vỉa chứa dầu dưới đất. Do đó, có thể hy vọng rằng chất lưu thấm vào trong các lỗ rỗng của đá chứa (kể cả các lỗ rỗng cho đến nay vẫn khó thâm nhập), bằng cách đó cải thiện hiệu quả thu hồi dầu thô trong đá và cho phép thu hồi dầu thô ở tỷ lệ cao hơn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

[0012] Fig.1 thể hiện các kết quả của phép đo các thế zeta của các dung dịch keo trong nước (các dung dịch keo silic oxit trong nước đã được xử lý bề mặt bằng hợp chất silan) được điều chế trong các ví dụ 1 và 2 ở các giá trị độ pH khác nhau nằm trong khoảng từ độ pH lớn hơn hoặc bằng 2 đến độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 10.

Fig.2 thể hiện sự thay đổi về đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học (đường kính hạt trung bình DLS (dynamic light scattering): nm) trong quá trình thử nghiệm tính ổn định chống lại nước muối (bảo quản ở 80°C, nồng độ muối thấp: 35000ppm) của các dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1.

Fig.3 thể hiện sự thay đổi về đường kính hạt trung bình khi được đo

bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học (đường kính hạt trung bình DLS: nm) trong quá trình thử nghiệm tính ổn định chống lại nước muối (bảo quản ở 80°C, nồng độ muối trung bình: 175000ppm) của các dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1.

Fig.4 thể hiện sự thay đổi về đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học (đường kính hạt trung bình DLS: nm) trong quá trình thử nghiệm tính ổn định chống lại nước muối (bảo quản ở 80°C, nồng độ muối cao: 229000ppm) của các dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1.

Fig.5 thể hiện cấu trúc của thiết bị được sử dụng trong thử nghiệm khả năng tạo bọt.

Fig.6 thể hiện các kết quả của thử nghiệm khả năng tạo bọt của các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2 và ví dụ so sánh 1.

Fig.7 thể hiện các kết quả của thử nghiệm khả năng tạo bọt của các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 3 và 4 và ví dụ so sánh 1.

Fig.8 là hình ảnh thể hiện các kết quả của thử nghiệm tính ổn định lâu dài của bọt hoặc nhũ tương 30 phút, một ngày, ba ngày, và bảy ngày sau khi kết thúc khuấy trộn trong thử nghiệm khả năng tạo bọt của các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2.

Fig.9 là hình ảnh kính hiển vi quang học của nhũ tương nước trong dầu (water in oil, W/O) được tạo ra ở áp suất 100atm (10132,5kPa) bằng cách bổ sung thuốc nhuộm tan trong nước vào mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng).

Fig.10 là hình ảnh kính hiển vi quang học của nhũ tương dầu trong nước (oil in water, O/W) được tạo ra ở áp suất 100atm (10132,5kPa) bằng cách bổ

sung thuốc nhuộm tan trong nước vào mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng).

Fig.11 là hình ảnh kính hiển vi quang học của bột được tạo ra ở áp suất 300atm (30397,5kPa) bằng cách bổ sung thuốc nhuộm tan trong nước vào mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng).

Fig.12 là hình vẽ phác họa của nhũ tương W/O được tạo ra ở áp suất 100atm (10132,5kPa) bằng cách bổ sung thuốc nhuộm tan trong nước vào mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng).

Fig.13 là hình vẽ phác họa của nhũ tương O/W được tạo ra ở áp suất 100atm (10132,5kPa) bằng cách bổ sung thuốc nhuộm tan trong nước vào mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng).

Fig.14 là hình vẽ phác họa của bột được tạo ra ở áp suất 300atm (30397,5kPa) bằng cách bổ sung thuốc nhuộm tan trong nước vào mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng).

Fig.15 là hình ảnh thể hiện vẽ bề ngoài của (a) cát kết (Berea Sandstone (BSS)) và (b) các đá cacbonat (Indiana 200md (IN 200md)) được sử dụng để đánh giá quá trình thu hồi dầu thô, và các kết quả quan sát profin bề mặt của các lõi này (các ảnh kính hiển vi điện tử quét (độ phóng đại: 500)).

Fig.16 thể hiện mối quan hệ giữa độ thấm khí và độ xốp của mẫu đá cacbonat.

Fig.17 thể hiện cách bố trí đường ống và thiết bị của thiết bị thử nghiệm

dòng mẫu lõi được sử dụng để đánh giá quá trình thu hồi dầu thô.

Fig.18 thể hiện lượng (%) của dầu thô (trục tung) được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) so với lượng bơm ép (trục hoành) của chất lưu (nước muối chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 hoặc 2 (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng), cacbon dioxit) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0.

Fig.19 thể hiện lượng (%) của dầu thô (trục tung) được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md) so với lượng bơm ép (trục hoành) của chất lưu (nước muối chứa dung dịch keo trong nước (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng), cacbon dioxit) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0.

Fig.20 là hình ảnh của mẫu được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (nồng độ muối trung bình: 175000ppm, nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng) (pH=6,3) (Fig.20(a)), và mẫu được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 (nồng độ muối trung bình: 175000ppm, nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng) (pH=7,2) (Fig.20(b)), trong đó hình ảnh này thể hiện các trạng thái của các mẫu sau khi được bảo quản ở 80°C trong bảy ngày.

Fig.21 thể hiện cấu trúc của thiết bị được sử dụng trong thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi.

Fig.22 thể hiện mức chênh lệch áp suất bơm ép (trục tung trái) và lượng (cc) của nước muối (chứa dung dịch keo trong nước) (trục tung phải) được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) so với lượng bơm ép (trục hoành) của chất lưu (mẫu nước muối được bảo quản (nồng độ muối trung bình) chứa dung dịch keo trong nước (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng), cacbon dioxit) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0 trong thử nghiệm

để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ 1.

Fig.23 là hình ảnh thể hiện sự hình thành bọt trong chất lưu thu hồi được trong thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ 1

Fig.24 thể hiện áp suất bơm ép chất lưu (trục tung) so với thời gian bơm ép (trục hoành) trong trường hợp bơm ép liên tục chất lưu (mẫu nước muối được bảo quản (nồng độ muối trung bình) chứa dung dịch keo trong nước (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng), cacbon dioxit) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi cát kết (BSS) được lấy là 1,0 trong thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ 2.

Fig.25 thể hiện mức chênh lệch áp suất bơm ép (trục tung trái) và lượng (cc) của nước muối (chứa dung dịch keo trong nước) (trục tung phải) được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) so với lượng bơm ép (trục hoành) của chất lưu (mẫu nước muối được bảo quản (nồng độ muối trung bình) chứa dung dịch keo trong nước (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng), cacbon dioxit) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0 trong thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1.

Fig.26 thể hiện áp suất bơm ép chất lưu (trục tung) so với thời gian bơm ép (trục hoành) trong trường hợp bơm ép liên tục trong thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1.

Fig.27 là hình ảnh của đường ống của thiết bị được sử dụng trong thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng bên trong lõi bằng cách

sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1, trong đó hình ảnh thể hiện trạng thái của đường ống sau khi thử nghiệm (sự hình thành của thành phần silic oxit gelatin hóa).

Mô tả chi tiết sáng chế

[0013] Sáng chế đề cập đến dung dịch keo trong nước để tăng tính ổn định của bọt hoặc nhũ tương trong chất lưu trong quá trình làm tràn ngập bọt CO₂ của phương pháp tăng cường thu hồi dầu (EOR). Dung dịch keo trong nước của sáng chế có thể góp phần hình thành và làm ổn định bọt hoặc nhũ tương nhờ sự tiếp xúc của dung dịch keo trong nước với nước (bao gồm nước muối, nước biển, v.v.) và cacbon dioxit, và nhờ sự tiếp xúc của chúng với dầu thô.

Thuật ngữ “bọt” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ “bọt” gồm nhiều bong bóng, trong đó mỗi bong bóng có đường kính khoảng từ vài μm đến vài trăm μm.

Trong trường hợp của nhũ tương, mỗi giọt nhỏ thường có đường kính khoảng từ 0,1 μm đến vài trăm μm.

[0014] Dung dịch keo trong nước

Nói chung, dung dịch keo trong nước là hệ phân tán dạng keo chứa dung môi trong nước đóng vai trò là môi trường phân tán và các hạt keo đóng vai trò là thể phân tán. Đặc biệt, sáng chế đề cập đến dung dịch keo trong nước trong đó môi trường phân tán là môi trường nước (nước) có độ pH axit, và thể phân tán là các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng nhóm chức cụ thể. Cụ thể, sáng chế đề cập đến dung dịch keo trong nước trong đó thể phân tán là các hạt silic oxit có các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân (dưới đây có thể đơn giản được gọi là “hợp chất silan”) (dưới đây các hạt silic oxit có thể được coi là “các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng hợp chất silan” hoặc “các hạt silic oxit được xử lý

bề mặt”), và môi trường phân tán là dung môi trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0.

Cụm từ “các hạt silic oxit có các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ trạng thái tại đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân được gắn kết với ít nhất một phần của các bề mặt của các hạt silic oxit”; cụ thể bao gồm trạng thái tại đó hợp chất silan bao phủ toàn bộ các bề mặt của các hạt silic oxit, trạng thái tại đó hợp chất silan bao phủ một phần của các bề mặt của các hạt silic oxit, và trạng thái tại đó hợp chất silan được gắn kết với các bề mặt của các hạt silic oxit.

[0015] Các hạt silic oxit (các hạt silic oxit được xử lý bề mặt) được chứa trong dung dịch keo trong nước của sáng chế có thể được đánh giá về đường kính hạt trung bình của chúng (đường kính hạt trung bình DLS) và trạng thái phân tán bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học.

Đường kính hạt trung bình DLS tương ứng với giá trị trung bình của các đường kính các hạt thứ cấp (các đường kính của các hạt phân tán). Cho rằng đường kính hạt trung bình DLS của các hạt phân tán hoàn toàn bằng khoảng hai lần đường kính hạt sơ cấp trung bình (nghĩa là, đường kính diện tích bề mặt riêng như được đo bằng phương pháp hấp thụ khí nitơ (phương pháp BET) hoặc phương pháp Sears, tương ứng với giá trị trung bình của các đường kính hạt sơ cấp). Do đó, việc đo đường kính hạt trung bình DLS có thể xác định liệu các hạt keo (các hạt silic oxit được xử lý bề mặt trong sáng chế) được chứa trong dung dịch keo trong nước ở trạng thái phân tán hay ở trạng thái kết tụ. Cụ thể, có thể được xác định rằng đường kính hạt trung bình DLS lớn hơn cho biết trạng thái kết tụ của các hạt keo được chứa trong dung dịch keo trong nước.

Theo sáng chế, các hạt silic oxit được xử lý bề mặt được chứa trong dung dịch keo trong nước có thể có đường kính hạt trung bình (đường kính hạt DLS) nằm trong khoảng từ 1 đến 100nm, hoặc 1 đến 50nm, hoặc 3 đến 30nm, hoặc 5 đến 15nm. Các hạt có đường kính hạt trung bình DLS lớn hơn 1nm do không kết tụ trong dung dịch keo trong nước và vẫn ổn định trong đó, trong khi đó các hạt có đường kính hạt trung bình DLS nhỏ hơn 100nm cho phép dung dịch keo dễ dàng thấm vào trong các lỗ rỗng của cát kết hoặc các đá cacbonat có mặt trong vỉa chứa ở mỏ dầu dưới đất, dẫn đến tỷ lệ thu hồi dầu thô được cải thiện.

[0016] Trong các hạt silic oxit được xử lý bề mặt được chứa trong dung dịch keo trong nước, tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan với các hạt silic oxit, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2,00:1,00, hoặc 0,30 đến 2,00:1,00, hoặc 0,33 đến 2,00:1,00, hoặc 0,33 đến 1,00:1,00.

Khi lượng của hợp chất silan lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần khối lượng (tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,30 phần khối lượng) tương ứng với 1,00 phần khối lượng của các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo trong nước, dung dịch keo trong nước có thể được mong đợi là có tính bền muối tốt. Tuy nhiên, khi lượng của hợp chất silan được điều chỉnh đến lớn hơn hoặc bằng 2,00 phần khối lượng, không thể thu được tác dụng tương xứng với sự gia tăng lượng như vậy.

[0017] Trong dung dịch keo trong nước đã nêu ở trên, nồng độ của các hạt silic oxit được xử lý bề mặt (nồng độ hàm lượng chất rắn) có thể, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 1 đến 40% khối lượng.

[0018] Tốt hơn là, dung dịch keo trong nước của sáng chế không có điểm đẳng điện ở độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 6, chẳng hạn, khoảng độ pH lớn hơn hoặc bằng 1 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6. Trong trường hợp như vậy, dung dịch keo

trong nước có thể được mong đợi là không kết tụ mà vẫn ổn định.

[0019] Nói chung, nồng độ muối của nước biển khoảng từ 30000ppm đến 40000ppm, nồng độ muối của các mỏ dầu và khí ở Nhật Bản khoảng từ 10000ppm đến 50000ppm, và nồng độ muối của nước vỉa ngoài khơi (chẳng hạn, ở mỏ dầu đá cacbonat Abu Dhabi) bằng khoảng 160000ppm, v.v. Dựa vào việc bơm ép dung dịch keo trong nước của sáng chế vào trong vỉa chứa dầu ở mỏ dầu trên bờ hoặc ngoài khơi, mong muốn là dung dịch keo trong nước thể hiện tính bền muối cao trong môi trường có nồng độ muối khoảng từ 10000ppm (tương ứng với 1,0% khối lượng) đến trên 200000ppm; cụ thể, mong muốn rằng các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo trong nước không kết tụ hoặc tạo gel và vẫn ở trạng thái phân tán trong môi trường đã nêu ở trên.

Theo sáng chế, tính bền muối (tính ổn định trong nước muối) của dung dịch keo trong nước có thể được đánh giá bằng thử nghiệm tính bền muối trong đó dung dịch keo trong nước được bảo quản ở độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 5,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 8,0 và 80°C trong 30 ngày trong môi trường chứa natri clorua, canxi clorua, và magie clorua dưới dạng các thành phần chính và có tổng nồng độ muối nằm trong khoảng từ 10000 đến 230000ppm sao cho nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Khi sự thay đổi về đường kính hạt trung bình của dung dịch keo trong nước như được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học là nhỏ trước và sau thử nghiệm này, các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo trong nước có thể được đánh giá để duy trì được trạng thái phân tán của chúng. Tuy nhiên, khi dung dịch keo trong nước thể hiện tính bền muối kém, đường kính hạt trung bình DLS trở nên rất lớn sau thử nghiệm tính bền muối, điều này phản ánh trạng thái kết tụ của các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo.

Theo sáng chế, dung dịch keo trong nước có thể được xác định là có

tính bền muối tốt khi đường kính hạt trung bình được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học sau thử nghiệm tính bền muối đã nêu ở trên khác với đường kính hạt trung bình trước khi thử nghiệm bởi giá trị nhỏ hơn hoặc bằng 200nm. Đặc biệt, khi mức chênh lệch đường kính hạt trung bình DLS giữa trước và sau thử nghiệm nhỏ hơn hoặc bằng 200nm (ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 160nm), dung dịch keo trong nước có thể được xác định là có tính bền muối rất tốt mà không làm thay đổi (kết tụ hoặc gel hóa) dung dịch keo silic oxit.

[0020] Các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo trong nước của sáng chế có thể duy trì được dạng bột hoặc nhũ tương ổn định với sự có mặt của nước, dầu, và cacbon dioxit ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 120°C và áp suất nằm trong khoảng từ 70 đến 400atm (7092,75 đến 40530kPa). Thuật ngữ “ổn định” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ trường hợp tại đó bột hoặc nhũ tương không phân rã hoặc phân tách. Các tác giả sáng chế xác nhận rằng khi bột hoặc nhũ tương được tạo ra trong vài giờ trong các điều kiện tĩnh, bột hoặc nhũ tương này duy trì một cách ổn định dạng của nó trong vài ngày.

Cacbon dioxit trở thành siêu tới hạn trong các điều kiện 31,1°C và cao hơn hoặc bằng 72,8atm (7376,46kPa). Theo sáng chế, dầu trong các lỗ rỗng của đá được thế chỗ bằng nước (chứa các hạt silic oxit), dầu, và cacbon dioxit ở dạng bột hoặc nhũ tương. Trong trường hợp này, cacbon dioxit có thể ở trạng thái siêu tới hạn đồng nhất hoặc ở trạng thái pha khí hoặc lỏng.

[0021] Dung dịch keo trong nước đã nêu ở trên được điều chế bằng cách trộn hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân bằng dung dịch keo silic oxit trong nước (không cải biến), và sau đó xử lý nhiệt hỗn hợp này như được mô tả dưới đây. Dung dịch keo silic oxit trong nước và hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân, mà tạo ra dung dịch keo trong nước, sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

[0022] Dung dịch keo silic oxit trong nước

Dung dịch keo silic oxit trong nước (dung dịch keo silic oxit không cải biến), tạo ra dung dịch keo trong nước của sáng chế, là dung dịch keo silic oxit trong nước chứa silic oxit dạng keo làm thể phân tán, và có thể được sản xuất bằng phương pháp bất kỳ đã biết bằng cách sử dụng thủy tinh lỏng (dung dịch natri silicat trong nước) làm nguyên liệu thô.

Đường kính hạt trung bình của dung dịch keo silic oxit trong nước cho biết đường kính hạt trung bình của các hạt silic oxit dạng keo đóng vai trò là thể phân tán. Trừ khi được xác định theo cách khác, đường kính hạt trung bình dùng để chỉ đường kính diện tích bề mặt riêng như được đo bằng phương pháp hấp thụ khí nitơ (phương pháp BET) hoặc đường kính hạt như được đo bằng phương pháp Sears.

Đường kính diện tích bề mặt riêng (đường kính hạt trung bình (đường kính diện tích bề mặt riêng) D (nm)) như được đo bằng phương pháp hấp thụ khí nitơ (phương pháp BET) được đưa ra trong công thức sau đây: D (nm) = $2720/S$ trong đó S là diện tích bề mặt riêng (m^2/g) như được đo bằng phương pháp hấp thụ khí nitơ.

Đường kính hạt như được đo bằng phương pháp Sears tương ứng với đường kính hạt trung bình được đo theo tài liệu: G. W. Sears, Anal. Chem 28 (12), p. 1981, 1956 (Rapid Method for Determination of Colloidal Silica particle Diameter). Cụ thể, đường kính hạt tương ứng với đường kính tương đương (đường kính diện tích bề mặt riêng) được tính từ diện tích bề mặt riêng của silic oxit dạng keo được xác định từ lượng dung dịch NaOH 0,1N cần thiết để chuẩn độ, từ độ pH lớn hơn hoặc bằng 4 đến độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 9, silic oxit dạng keo tương đương với 1,5g SiO₂.

Theo sáng chế, đường kính hạt trung bình của dung dịch keo silic oxit trong nước (các hạt silic oxit dạng keo) như được đo bằng phương pháp hấp

thụ khí nitơ (phương pháp BET) hoặc phương pháp Sears có thể, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 1 đến 100nm, hoặc từ 1 đến 50nm, hoặc từ 3 đến 30nm, hoặc nằm trong khoảng từ 5 đến 15nm.

[0023] Dung dịch keo silic oxit trong nước đã nêu ở trên có thể là sản phẩm có sẵn trên thị trường. Dung dịch keo silic oxit trong nước có nồng độ silic oxit nằm trong khoảng từ 5 đến 50% khối lượng nói chung là có sẵn trên thị trường. Sản phẩm như vậy được ưu tiên vì nó dễ có sẵn.

Dung dịch keo silic oxit trong nước có thể là dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm hoặc dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit. Tuy nhiên, dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 tốt hơn là được sử dụng, vì dung dịch keo silic oxit trong nước như vậy cho phép sản xuất dung dịch keo trong nước thể hiện tính bền muối vượt trội (không kết tụ).

Các ví dụ của dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit có sẵn trên thị trường bao gồm Snowtex (nhãn hiệu đã đăng ký) ST-OXS, ST-OS, và ST-O (sẵn có từ Nissan Chemical Corporation).

Dung dịch keo silic oxit trong nước được sử dụng cho dung dịch keo trong nước có thể có nồng độ silic oxit (SiO_2), chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 1 đến 40% khối lượng.

[0024] Hợp chất silan

Hợp chất silan được sử dụng để xử lý bề mặt của dung dịch keo silic oxit trong nước đã nêu ở trên là hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân. Các ví dụ của nhóm có thể thủy phân bao gồm nhóm alkoxy, nhóm axyloxy, và nhóm halogen.

Đặc biệt, nhóm có thể thủy phân tốt hơn là nhóm alkoxy như nhóm metoxy hoặc nhóm etoxy. Chẳng hạn, hợp chất silan có nhóm metoxy dùng làm

nhóm có thể thủy phân tốt hơn là được sử dụng.

[0025] Hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên có thể là hợp chất silan có, bên cạnh nhóm có thể thủy phân, nhóm epoxy hoặc nhóm hữu cơ được sản xuất bằng cách thủy phân nhóm epoxy. Nhóm epoxy có thể là nhóm glycidyl, nhóm xyclohexylepoxy, hoặc sự kết hợp của các nhóm này. Như được mô tả dưới đây, hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên có thể là hợp chất silan có, bên cạnh nhóm có thể thủy phân, vòng oxetan thay vì nhóm epoxy.

Các ví dụ của hợp chất silan có nhóm epoxy (và nhóm có thể thủy phân) bao gồm 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan, 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan, 3-glyxidoxypropylmetyldimetoxysilan, 3-glyxidoxypropylmetyldiethoxysilan, 3-(3,4-epoxyxyclohexyl)propyltrimetoxysilan, 3-(3,4-epoxyxyclohexyl)propyltriethoxysilan, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltriethoxysilan, 1-(3,4-epoxyxyclohexyl)metyltrimetoxysilan, và 1-(3,4-epoxyxyclohexyl)metyltriethoxysilan. Các hợp chất silan này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng phối hợp của hai hoặc nhiều loại.

Như đã mô tả ở trên, hợp chất silan có nhóm epoxy có thể được thay thế bằng hợp chất silan có vòng oxetan. Các ví dụ của hợp chất silan có vòng oxetan bao gồm [(3-etyl-3-oxetanyl)metoxy]propyltrimetoxysilan và [(3-etyl-3-oxetanyl)metoxy]propyltriethoxysilan.

[0026] Hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên có thể là hợp chất silan có nhóm amino bên cạnh nhóm có thể thủy phân.

Các ví dụ của hợp chất silan có nhóm amino (và nhóm có thể thủy

phân) bao gồm N-2-(aminoethyl)-3-aminopropylmetyldimetoxysilan, N-2-(aminoethyl)-3-aminopropyltrimetoxysilan, 3-aminopropyltriclosilan, 3-aminopropyltrimetoxysilan, 3-aminopropyltriethoxysilan, 3-aminopropylmetyldimetoxysilan, 3-aminopropylmetyldietoxysilan, 3-triethoxysilyl-N-(1,3-dimethyl-butyliden)propylamin, N-phenyl-3-aminopropyltrimetoxysilan, và N-phenyl-3-aminopropyltriethoxysilan. Các hợp chất silan này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng phối hợp của hai hoặc nhiều loại.

[0027] Theo sáng chế, hợp chất silan được sử dụng để xử lý bề mặt của dung dịch keo silic oxit trong nước đã nêu ở trên có thể còn chứa hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân bên cạnh hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên (nghĩa là, hợp chất silan có nhóm epoxy hoặc nhóm hữu cơ được sản xuất bằng cách thủy phân nhóm epoxy, hoặc hợp chất silan có nhóm amino).

Hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân có thể là hợp chất silan có nhóm hữu cơ chứa nhóm C₁₋₄₀ alkyl, nhóm C₆₋₄₀ vòng thơm, hoặc sự kết hợp của các nhóm này.

Các ví dụ của silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên và có nhóm C₁₋₄₀ alkyl bao gồm các alkoxysilan, như metyltrimetoxysilan, metyltriethoxysilan, dimetyldimetoxysilan, dimetyldietoxysilan, trimetylmethoxysilan, etyltrimetoxysilan, etyltriethoxysilan, n-propyltrimetoxysilan, n-propyltriethoxysilan, isobutyltrimetoxysilan, isobutyltriethoxysilan, n-hexyltrimetoxysilan, n-hexyltriethoxysilan, xyclohexylmetyldimetoxysilan, n-octyltriethoxysilan, và n-dexyltrimetoxysilan. Các hợp chất silan này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng phối hợp của hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ của silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên và có nhóm C₆₋₄₀ vòng thơm bao gồm phenyltrimetoxysilan, phenyltriethoxysilan, diphenyldimetoxysilan, và diphenyldiethoxysilan.

Việc sử dụng hợp chất silan thứ hai có các nhóm có thể thủy phân phối hợp có thể được mong đợi để cải thiện hơn nữa tác dụng làm ổn định bột hoặc nhũ tương trong chất lỏng trong quá trình làm tràn ngập bột CO₂.

Hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân tốt hơn là được sử dụng phối hợp đặc biệt với hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân chứa nhóm amino.

Theo sáng chế, các bề mặt của các hạt silic oxit được xử lý (được cải biến) bằng cách sử dụng, làm chất cơ bản, hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân và có nhóm epoxy hoặc nhóm hữu cơ được sản xuất bằng cách thủy phân nhóm epoxy hoặc hợp chất silan có nhóm amino (hợp chất silan thứ nhất), và bằng cách sử dụng, nếu muốn, hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân và có nhóm hữu cơ chứa nhóm C₁₋₄₀ alkyl, nhóm C₆₋₄₀ vòng thơm, hoặc sự kết hợp của các nhóm này (hợp chất silan thứ hai). Tỷ lệ mol của hợp chất silan thứ nhất với hợp chất silan thứ hai trong toàn bộ hợp chất silan có thể nằm trong khoảng từ 1,00:0 đến 3,00 hoặc 1,00:0 đến 1,00.

[0028] Đặc biệt, hợp chất silan được sử dụng để xử lý bề mặt của dung dịch keo silic oxit trong nước đã nêu ở trên có thể là, chẳng hạn, 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan, 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan, phối hợp của 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan với 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan, hoặc phối hợp của 3-aminopropyltriethoxysilan với phenyltrimetoxysilan.

[0029] Hợp chất silan đã nêu ở trên có thể là sản phẩm có sẵn trên thị trường. Các ví dụ của sản phẩm có sẵn trên thị trường bao gồm các sản phẩm có tên

thương mại KBM-403 (3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan), KBE-403 (3-glyxidoxypropyltriethoxysilan), KBM-303 (2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan), KBE-903 (3-aminopropyltriethoxysilan), và KBM-103 (phenyltrimetoxysilan), sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.

[0030] Sáng chế liên quan đến việc sử dụng các hạt silan có các bề mặt được gắn kết với silan có nhóm chức hữu cơ, được điều chế bằng cách xử lý (phủ) các bề mặt của các hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước bằng silan có nhóm có thể thủy phân. Theo sáng chế, một yếu tố quan trọng trong tính bền muối là phối hợp của độ pH của dung dịch keo silic oxit trong nước làm nguyên liệu thô và nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên. Khi dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit được sử dụng làm nguyên liệu thô, nhóm có thể thủy phân của silan đã nêu ở trên có thể là nhóm metoxy hoặc nhóm etoxy, mỗi nhóm trong số chúng đều mang lại các tác dụng tốt.

Khi dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm được sử dụng làm nguyên liệu thô, sự gel hóa có thể xảy ra trong quá trình sản xuất của dung dịch keo trong nước nếu nhóm có thể thủy phân của silan đã nêu ở trên là nhóm metoxy, hoặc tính ổn định nước muối bị giảm nếu nhóm có thể thủy phân là nhóm etoxy. Khi dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm được sử dụng và được bao bằng silan có nhóm etoxy dưới dạng nhóm có thể thủy phân, tính ổn định nước muối bị giảm ngay cả khi độ pH sau đó được làm cho có tính axit.

[0031] Phương pháp xử lý bề mặt (phương pháp sản xuất dung dịch keo trong nước)

Các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng hợp chất silan có thể được điều chế bằng cách bổ sung hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân đã nêu ở trên vào dung dịch keo silic oxit trong nước đã nêu ở trên (tốt hơn là, dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit có độ pH nằm trong khoảng từ

lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0), và sau đó xử lý nhiệt hỗn hợp này ở, chẳng hạn, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C trong một giờ đến 20 giờ. Trong trường hợp này, hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân có thể được bổ sung vào dung dịch keo silic oxit trong nước sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan với các hạt silic oxit (hàm lượng chất rắn silic oxit) trong dung dịch keo silic oxit trong nước là như sau: chẳng hạn, tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan với các hạt silic oxit nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2,00:1,00, hoặc 0,30 đến 2,00:1,00, hoặc 0,33 đến 2,00:1,00, hoặc 0,33 đến 1,00:1,00.

Khi nhiệt độ xử lý nhiệt thấp hơn 50°C, mức độ thủy phân một phần của nhóm có thể thủy phân giảm xuống, và do đó hiệu quả xử lý bề mặt giảm xuống, trong khi đó khi nhiệt độ xử lý nhiệt cao hơn 100°C, silicagel khô được tạo ra, đây là điều không mong muốn.

Khi thời gian xử lý nhiệt nhỏ hơn một giờ, phản ứng thủy phân của hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân diễn ra không đủ. Trong lúc đó, ngay cả khi thời gian xử lý nhiệt dài hơn 20 giờ, phản ứng thủy phân của hợp chất silan trở nên gần như bão hòa, và do đó thời gian gia nhiệt không cần dài hơn. Cụm từ “các hạt silic oxit được bao bằng hợp chất silan” bao gồm trường hợp tại đó các nhóm có thể thủy phân được thủy phân hoàn toàn, và các hạt silic oxit được bao bằng các liên kết siloxan, và trường hợp tại đó một số nhóm có thể thủy phân còn lại không phản ứng và các nhóm có thể thủy phân khác bị thủy phân, và các hạt silic oxit có các liên kết siloxan.

Lượng xử lý bề mặt (phủ) bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân; nghĩa là, số lượng phân tử hợp chất silan được gắn kết với bề mặt hạt silic tốt hơn là, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5 hoặc 1 đến 5 mỗi nm² của bề mặt hạt silic.

Dung dịch keo trong nước tạo ra chứa, làm thể phân tán, các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng hợp chất silan tương ứng với dung dịch keo trong nước được phân tán trong dung môi trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0; nghĩa là, dung dịch keo trong nước được bảo quản ở độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0.

[0032] Các hạt silic oxit được xử lý bề mặt có thể được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm (độ pH cao hơn hoặc bằng 8), và bổ sung hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân vào dung dịch keo silic oxit trong nước theo cùng một cách như đã mô tả ở trên. Tuy nhiên, dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit được xử lý bề mặt được phân tán trong môi trường nước được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm làm nguyên liệu thô cần đến sự chú ý, vì đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học tăng đáng kể sau thử nghiệm tính bền muối được mô tả ở trên; nghĩa là, các hạt silic oxit có thể kết tụ và trở nên kém ổn định hơn. Khi các hạt silic oxit được xử lý bề mặt được điều chế trong các điều kiện kiềm, dung dịch keo trong nước trong đó các hạt được phân tán được xác nhận là thể hiện khả năng tạo bọt kém trong hệ hỗn hợp gồm nước, cacbon dioxit, và chất thay thế dầu thô (hydrocacbon (decan)). Do đó, dung dịch keo trong nước này có thể có hiệu quả kém trong quá trình thu hồi dầu thô bằng bọt cacbon dioxit.

Khi dung dịch keo silic oxit trong nước (dung dịch keo trong nước) chứa các hạt silic oxit được xử lý bề mặt được điều chế trong các điều kiện kiềm được làm cho có tính axit bằng, chẳng hạn, axit clohydric (ví dụ, độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0) để bằng cách đó tạo ra dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit (dung dịch

keo trong nước), đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học tăng sau thử nghiệm tính bền muối đã nêu ở trên, và các hạt silic oxit kết tụ và thể hiện tính ổn định giảm. Dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit này cũng thể hiện khả năng tạo bọt kém trong hệ hỗn hợp gồm nước, cacbon dioxit, và chất thay thế dầu thô (decan). Các lỗ rỗng của đá góp phần làm chất lưu chảy được cho là có đường kính vài µm hoặc lớn hơn. Do đó, có thể hình dung là, dung dịch keo silic oxit trong nước khi bị kết tụ và gel hóa khó đi qua các lỗ rỗng của đá có kích thước đủ vài µm trong thử nghiệm làm tràn ngập lõi. Do đó, dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm đã nêu ở trên (dung dịch keo trong nước) được xử lý bề mặt bằng hợp chất silan trong các điều kiện kiềm, hoặc dung dịch keo silic oxit trong nước có tính axit (dung dịch keo trong nước) được điều chế từ dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm không thích hợp để thu hồi dầu thô theo sáng chế.

[0033] Phương pháp thu hồi dầu thô

Dung dịch keo trong nước của sáng chế có thể được sử dụng để thu hồi dầu thô từ vỉa chứa hydrocacbon dưới đất nhờ, chẳng hạn, quy trình bao gồm bước (a): bước bơm ép dung dịch keo trong nước của sáng chế, nước, và cacbon dioxit luân phiên hoặc đồng thời vào trong vỉa chứa dầu dưới đất, và bước (b): bước mà dầu được thu hồi đưa lên bề mặt từ giếng sản xuất dầu được khoan vào vỉa chứa dầu dưới đất.

[0034] Nước cần được bơm ép vào ở bước (a) có thể là nước muối chứa các ion clo và các ion natri, các ion canxi, các ion magie, v.v., hoặc có thể là nước biển (chẳng hạn, khi dung dịch keo trong nước được giả định là được sử dụng trong các vỉa chứa dầu ở các mỏ dầu ngoài khơi). Không có giới hạn cụ thể nào được áp dụng đối với nồng độ muối của nước muối hoặc nước biển như vậy, nhưng nồng độ muối nói chung là khoảng từ 10000 đến 230000ppm như đã mô

tả ở trên.

[0035] Khi bơm ép, tỷ lệ khối lượng của các hạt silic oxit được xử lý bề mặt được chứa trong dung dịch keo trong nước với nước (hoặc nước muối, nước biển) có thể, chẳng hạn, khoảng từ 1:3 đến 1,000, và tỷ lệ thể tích của nước (hoặc nước muối, nước biển) với cacbon dioxit có thể, chẳng hạn, khoảng từ 1:0,01 đến 100.

Tốt hơn là, áp suất bơm ép bằng hoặc cao hơn áp suất bơm ép tự nhiên bởi trọng lực của chất lưu từ giếng bơm, và bằng thấp hơn bằng áp suất ban đầu của vỉa chứa đích hoặc áp suất phá hủy tầng của mũ đá, bất cứ áp suất nào cao hơn.

Bước bơm ép có thể được thực hiện, chẳng hạn, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 120°C và áp suất nằm trong khoảng từ 70 đến 400atm (7092,75 đến 40530kPa).

[0036] Bước (a) có thể, chẳng hạn, là bước bơm ép dung dịch keo trong nước và nước, và cacbon dioxit luân phiên vào vỉa chứa dầu dưới đất. Cacbon dioxit cần được bơm có thể là cacbon dioxit siêu tới hạn hoặc cacbon dioxit lỏng.

[0037] Ở bước (a), dung dịch keo trong nước hoặc nước có thể chứa thành phần tùy ý được sử dụng để thu hồi dầu thô. Các ví dụ của thành phần tùy ý bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, chất hoạt động bề mặt, chất làm đặc, chất khử oxy, chất ức chế ăn mòn, chất diệt tảo, chất diệt khuẩn, và chất ức chế cáu.

[0038] Không có giới hạn cụ thể nào được áp đặt đối với vỉa chứa dầu dưới đất được dự định sử dụng phương pháp thu hồi dầu thô, và vỉa chứa đích có thể là, chẳng hạn, vỉa chứa cát kết hoặc vỉa chứa các đá cacbonat.

Theo sáng chế, dung dịch keo trong nước, nước, và cacbon dioxit được bơm ép vào trong đá hình thành sao cho các thế zeta của các hạt silic oxit trong dung dịch keo trong nước và đá hình thành là âm hoặc dương đối với nhau.

Điều này có thể ngăn chặn sự kết tụ của các hạt silic oxit trong các lỗ rỗng của đá, điều này là được ưu tiên để hình thành và duy trì bọt CO₂ ổn định và cải thiện hiệu suất thu hồi dầu thô trên cơ sở của nó.

Theo sáng chế, cacbon dioxit lỏng được bơm ép vào vỉa chứa dầu dưới đất tạo ra bọt CO₂ trong đó. Điều này có thể dẫn đến tăng độ nhớt của hỗn hợp chứa dung dịch keo trong nước, nước, và cacbon dioxit, và tăng cường thu hồi dầu trong các lỗ rỗng của đá bằng chất lưu có độ nhớt tăng. Độ nhớt của chất lưu được tạo ra từ hỗn hợp này tốt hơn là, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 1cP đến 100cP, hoặc 1cP đến 50cP.

[0039] Bước (a) được tiếp theo bởi bước (b): bước mà dầu được thu hồi đưa lên bề mặt từ giếng sản xuất dầu được khoan vào vỉa chứa dầu dưới đất.

Ví dụ thực hiện sáng chế

[0040] Các thiết bị sau đây được sử dụng để phân tích trong các ví dụ và các ví dụ so sánh.

Độ pH: Được đo bằng máy đo độ pH (sẵn có từ DKK-TOA CORPORATION).

Độ nhớt: Được đo bằng nhớt kế Ostwald (sẵn có từ AS ONE CORPORATION).

Đường kính hạt sơ cấp trung bình như được đo bằng phương pháp hấp thụ khí nitơ (phương pháp BET): Dung dịch keo silic oxit trong nước được làm khô và chất rắn silic oxit tạo ra được nghiền mịn, và sau đó sản phẩm nghiền mịn được làm khô tiếp để tạo ra bột silic oxit. Đường kính hạt sơ cấp trung bình được tính trên cơ sở của diện tích bề mặt riêng của bột silic oxit được xác định bằng thiết bị đo diện tích bề mặt riêng Monosorb (sẵn có từ Quantachrome Instruments).

Đường kính hạt trung bình khi được đo bằng phương pháp tán xạ ánh

sáng động học (đường kính hạt trung bình DLS): Được đo bằng thiết bị phân tích đường kính hạt tán xạ ánh sáng động học Zetasizer Nano (sẵn có từ Malvern Panalytical, Spectris Co., Ltd.) sau khi làm loãng dung dịch keo trong nước.

Thế Zeta: Dung dịch keo trong nước được làm loãng, và sau đó axit sulfuric 0,4M được bổ sung vào đó, để bằng cách đó điều chỉnh độ pH của hỗn hợp đến 2. Sau đó, trong lúc dung dịch NaOH 0,25M trong nước được bổ sung vào hỗn hợp để tăng độ pH của hỗn hợp, thế Zeta được đo ở các giá trị độ pH khác nhau bằng hệ đo thế Zeta/đường kính hạt/trọng lượng phân tử ELSZ-2000ZS (sẵn có từ Otsuka Electronics Co., Ltd.).

Điều chế mẫu lõi đá: mẫu lõi đá được nghiền mịn, và số liệu thành phần của mẫu lõi đá (về kim loại oxit) thu được bằng máy phân tích tia X huỳnh quang loại tán sắc bước sóng Supermini 200 (sẵn có từ Rigaku Corporation).

Quan sát profin của mẫu lõi đá: profin bề mặt của mẫu lõi đá được quan sát bằng kính hiển vi điện tử quét JSM-6010LV (sẵn có từ JEOL Ltd.).

[0041] Thành phần muối của nước muối được sử dụng để đánh giá

Bảng 1 thể hiện các thành phần muối của nước via ở mỏ dầu trong nước (nồng độ muối: 14000ppm), nước muối có nồng độ muối thấp (nồng độ muối: 35000ppm), nước muối có nồng độ muối trung bình (nồng độ muối: 175000ppm), và nước muối có nồng độ muối cao (nồng độ muối: 229000ppm) được sử dụng để đánh giá.

[0042]

Bảng 1

Thành phần muối của nước muối được sử dụng để đánh giá

	Thành phần của nước via ở mỏ	Thành phần của nước muối có	Thành phần của nước muối có nồng	Thành phần của nước muối có nồng
--	---------------------------------	--------------------------------	-------------------------------------	-------------------------------------

	dầu trong nước (14000ppm) (ppm)	nồng độ muối thấp (35000ppm) (ppm)	độ muối trung bình (175000ppm) (ppm)	độ muối cao (229000ppm) (ppm)
NaCl	12000	24800	102500	130000
CaCl ₂	200	1100	60000	82500
MgCl ₂	100	5300	11400	16700
Na ₂ SO ₄	200	4100	400	100
H ₃ BO ₃	1000	-	-	-

[0043] Ví dụ 1: Sản xuất dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)

Bình hình quả cà tím làm bằng thủy tinh dung tích 500ml được nạp 300g dung dịch keo silic oxit trong nước (Snowtex (nhãn hiệu đã đăng ký) ST-OXS, sản có từ Nissan Chemical Corporation, nồng độ silic oxit: 10,5% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 5nm, pH=3,0) và thanh khuấy. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 13,5g 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) (tên thương mại KBM-403, sản có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,43 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, ống làm mát qua đó nước máy chảy qua được cung cấp trên đỉnh của bình hình quả cà tím, và dung dịch keo silic oxit trong nước được gia nhiệt đến 80°C và được giữ trong điều kiện hồi lưu ở 80°C trong tám giờ. Sau khi được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, dung dịch keo silic oxit trong nước được lấy ra khỏi bình, để bằng cách đó tạo ra 313,5g dung dịch keo silic oxit trong nước được xử lý bề mặt bằng hợp chất silan (GPS) (dưới đây được gọi là “dung dịch keo trong nước của ví dụ 1”, tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan tương ứng với 1,00 phần hạt

silic oxit: 0,43 phần, nồng độ silic oxit: 11,0% khối lượng, pH=3,1, độ nhớt: 1,8cP, tỷ trọng: 1,06, đường kính hạt trung bình DLS: 8,0nm).

[0044] Ví dụ 2: Sản xuất dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimethoxysilan (PTMS)

Bình hình quả cà tím làm bằng thủy tinh dung tích 500ml được nạp 300g dung dịch keo silic oxit trong nước (Snowtex (nhãn hiệu đã đăng ký) ST-OXS, sẵn có từ Nissan Chemical Corporation, nồng độ silic oxit: 10,5% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 5nm, pH=3,0) và thanh khuấy. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 6,9g axit DL-lactic 85% (sẵn có từ Sigma-Aldrich). Sau đó, 9,5g 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) (tên thương mại KBE-903, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,30 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước, và dụng cụ chứa được đóng kín và được giữ trong lò ở 60°C trong 12 giờ. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 1,7g phenyltrimethoxysilan (PTMS) (tên thương mại KBM-103, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,05 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Ống làm mát qua đó nước máy chảy qua được cung cấp trên đỉnh của bình hình quả cà tím, và dung dịch keo silic oxit trong nước được gia nhiệt đến 60°C và được giữ trong điều kiện hồi lưu ở 60°C trong ba giờ. Sau khi được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, dung dịch keo silic oxit trong nước được lấy ra khỏi bình, để bằng cách đó tạo ra 318,1g dung dịch keo silic oxit trong nước được xử lý bề mặt bằng các hợp chất silan (APTES + PTMS) (dưới

đây được gọi là “dung dịch keo trong nước của ví dụ 2”, tỷ lệ khối lượng của toàn bộ hợp chất silan tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit: 0,35 phần, nồng độ silic oxit: 10,8% khối lượng, pH=4,0, độ nhớt: 1,8cP, tỷ trọng: 1,06, đường kính hạt trung bình DLS: 13,0nm).

[0045] Ví dụ 3: Sản xuất dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) và 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan (EPCHS)

Bình hình quả cà tím làm bằng thủy tinh dung tích 500ml được nạp 300g dung dịch keo silic oxit trong nước (Snowtex (nhãn hiệu đã đăng ký) ST-OXS, sẵn có từ Nissan Chemical Corporation, nồng độ silic oxit: 10,5% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 5nm, pH=3,0) và thanh khuấy. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 13,5g 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) (tên thương mại KBM-403, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,43 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, ống làm mát qua đó nước máy chảy qua được cung cấp trên đỉnh của bình hình quả cà tím, và dung dịch keo silic oxit trong nước được gia nhiệt đến 80°C và được giữ trong điều kiện hồi lưu ở 80°C trong tám giờ. Sau khi làm nguội dung dịch keo silic oxit trong nước đến nhiệt độ trong phòng, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 7,0g 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan (EPCHS) (tên thương mại KBM-303, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,22 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, ống làm mát qua đó nước máy chảy qua được cung cấp trên đỉnh của bình hình

quả cà tím, và dung dịch keo silic oxit trong nước được gia nhiệt đến 60°C và được giữ trong điều kiện hồi lưu ở 60°C trong ba giờ. Sau khi được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, dung dịch keo silic oxit trong nước được lấy ra khỏi bình, để bằng cách đó tạo ra 320,5g dung dịch keo silic oxit trong nước được xử lý bề mặt bằng các hợp chất silan (GPS + EPCHS) (dưới đây được gọi là “dung dịch keo trong nước của ví dụ 3”, tỷ lệ khối lượng của toàn bộ hợp chất silan tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit: 0,65 phần, nồng độ silic oxit: 11,4% khối lượng, pH=3,1, độ nhớt: 2,2cP, tỷ trọng: 1,06, đường kính hạt trung bình DLS: 8,9nm).

[0046] Ví dụ 4: Sản xuất dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) và 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan (EPCHS)

Bình hình quả cà tím làm bằng thủy tinh dung tích 500ml được nạp 300g dung dịch keo silic oxit trong nước (Snowtex (nhãn hiệu đã đăng ký) ST-OS, sẵn có từ Nissan Chemical Corporation, nồng độ silic oxit: 20,5% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 9nm, pH=3,0) và thanh khuấy. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 14,6g 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) (tên thương mại KBM-403, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,24 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, ống làm mát qua đó nước máy chảy qua được cung cấp trên đỉnh của bình hình quả cà tím, và dung dịch keo silic oxit trong nước được gia nhiệt đến 80°C và được giữ trong điều kiện hồi lưu ở 80°C trong tám giờ. Sau khi làm nguội dung dịch keo silic oxit trong nước đến nhiệt độ trong phòng, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ,

15,2g 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan (EPCHS) (tên thương mại KBM-303, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,25 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, ống làm mát qua đó nước máy chảy qua được cung cấp trên đỉnh của bình hình quả cà tím, và dung dịch keo silic oxit trong nước được gia nhiệt đến 60°C và được giữ trong điều kiện hồi lưu ở 60°C trong ba giờ. Sau khi được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, dung dịch keo silic oxit trong nước được lấy ra khỏi bình, để bằng cách đó tạo ra 329,8g dung dịch keo silic oxit trong nước được xử lý bề mặt bằng các hợp chất silan (GPS + EPCHS) (dưới đây được gọi là “dung dịch keo trong nước của ví dụ 4”, tỷ lệ khối lượng của toàn bộ hợp chất silan tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit: 0,49 phần, nồng độ silic oxit: 20,8% khối lượng, pH=2,9, độ nhớt: 3,3cP, tỷ trọng: 1,13, đường kính hạt trung bình DLS: 18,2nm).

[0047] Ví dụ so sánh 1: Sản xuất dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan (GPTES)

Nước được bổ sung vào thủy tinh lỏng natri có sẵn trên thị trường (thủy tinh lỏng natri JIS số 3, nồng độ SiO₂: 28,8% khối lượng, nồng độ Na₂O: 9,5% khối lượng) để bằng cách đó điều chế dung dịch natri silicat trong nước có nồng độ silic oxit bằng 3,8% khối lượng. Dung dịch natri silicat trong nước được cho đi qua cột đã được nạp nhựa trao đổi cation có tính axit mạnh loại hydro (Amberlite IR-120B, sẵn có từ Dow Chemical Company), để bằng cách đó điều chế dung dịch nước dạng keo của silic oxit hoạt tính (nồng độ silic oxit: 3,6% khối lượng, pH=3,2).

Thiết bị phản ứng bao gồm dụng cụ chứa để phản ứng làm bằng thủy

tinh (thể tích bên trong: 3l) được trang bị máy khuấy, bộ gia nhiệt, v.v. được nạp 11,9g dung dịch natri hydroxit 10% trong nước và 291,7g nước tinh khiết, và hỗn hợp được gia nhiệt đến 55°C. Sau đó, trong lúc hỗn hợp được giữ ở 55°C, 732,0g dung dịch nước dạng keo của silic oxit hoạt tính được liên tục bổ sung vào hỗn hợp trong hai giờ. Sau đó, trong lúc nhiệt độ của hỗn hợp được tăng lên đến 80°C, 1464,4g dung dịch nước dạng keo của silic oxit hoạt tính được liên tục bổ sung vào hỗn hợp trong bốn giờ. Sau đó, hỗn hợp tạo ra được giữ ở 80°C trong sáu giờ để bằng cách đó tạo ra 2500,0g dung dịch keo silic oxit có tính kiềm loãng (nồng độ silic oxit: 3,1% khối lượng, pH=9,7, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 7nm). Sau đó, dung dịch keo silic oxit có tính kiềm loãng được cô đặc bằng thiết bị siêu lọc để bằng cách đó điều chế dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm (nồng độ silic oxit: 28% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 7nm, pH=9,0, độ nhớt: 5cP, tỷ trọng: 1,2, đường kính hạt trung bình DLS: 9,4nm).

Bình hình quả cà tím làm bằng thủy tinh dung tích 500ml được nạp 250g dung dịch keo silic oxit trong nước có tính kiềm và thanh khuấy. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, dung dịch HCl trong nước được bổ sung để điều chỉnh độ pH đến 8, và 18,9g 3-glycidoxypolypropyltriethoxysilan (GPTES) (tên thương mại KBE-403, sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,27 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, hỗn hợp tạo ra được giữ ở 23°C trong hai giờ. Dung dịch keo silic oxit trong nước được lấy ra khỏi bình, để bằng cách đó tạo ra 269,0g dung dịch keo silic oxit trong nước được xử lý bề mặt bằng hợp chất silan (GPTES) (dưới đây được gọi là “dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1”, tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan tương

ứng với 1,00 phần hạt silic oxit: 0,27 phần, hàm lượng chất rắn silic oxit: 28% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 7nm, pH=8, độ nhớt: 5cP, tỷ trọng: 1,2, đường kính hạt trung bình DLS: 19,0nm).

[0048] Ví dụ so sánh 2: Sản xuất dung dịch keo trong nước chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)

Bình hình quả cà tím làm bằng thủy tinh dung tích 500ml được nạp 300g dung dịch keo silic oxit trong nước (Snowtex (nhãn hiệu đã đăng ký) ST-XS, sản có từ Nissan Chemical Corporation, nồng độ silic oxit: 20,5% khối lượng, đường kính hạt sơ cấp trung bình: 5nm, pH=9,5) và thanh khuấy. Sau đó, trong lúc dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng máy khuấy từ, 26,3g 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) (tên thương mại KBM-403, sản có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung vào bình sao cho tỷ lệ khối lượng của hợp chất silan là 0,43 phần tương ứng với 1,00 phần hạt silic oxit được chứa trong dung dịch keo silic oxit trong nước. Sau đó, hỗn hợp tạo ra được giữ ở 23°C trong hai giờ. Dung dịch keo silic oxit trong nước được xử lý bề mặt bằng hợp chất silan (GPS) kết tụ và trở thành màu trắng đục trong quá trình sản xuất, dẫn đến không tạo ra dung dịch keo trong nước đồng nhất.

[0049] Kết quả đo thế Zeta

Fig.1 thể hiện các kết quả của phép đo thế zeta của các dung dịch keo trong nước (các dung dịch keo silic oxit trong nước trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng hợp chất silan) được điều chế trong các ví dụ 1 và 2 ở các giá trị độ pH khác nhau từ độ pH lớn hơn hoặc bằng 2 đến độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 10.

Như được thể hiện trên Fig.1, dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 thể hiện thế Zeta âm ở độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 6, và dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 thể hiện thế Zeta dương ở độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 6; nghĩa là, cả

hai dung dịch keo trong nước này không có điểm đẳng điện ở độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 6.

[0050] Thử nghiệm tính ổn định chống lại nước muối

Các dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1 được thử nghiệm tính ổn định chống lại nước muối (thử nghiệm tính ổn định trong nước muối).

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glycidoxypyltrimetoxysilan (GPS), hợp chất silan: các hạt silic oxit = 0,43:1 (tỷ lệ khối lượng), pH=3,1, đường kính hạt trung bình DLS: 8,0nm) hoặc dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glycidoxypyltriethoxysilan (GPTES), hợp chất silan: các hạt silic oxit = 0,27:1 (tỷ lệ khối lượng), pH=8, đường kính hạt trung bình DLS: 19,0nm) được bổ sung vào nước muối để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Trong trường hợp này, các mẫu dành cho thử nghiệm tính ổn định trong nước muối được điều chế để đạt được nồng độ muối thấp (nồng độ muối: 35000ppm), nồng độ muối trung bình (nồng độ muối: 175000ppm), hoặc nồng độ muối cao (nồng độ muối: 229000ppm).

Dung dịch NaOH trong nước được bổ sung vào mẫu của ví dụ 1, và dung dịch HCl trong nước được bổ sung vào mẫu của ví dụ so sánh 1, để bằng cách đó điều chế các dung dịch keo trong nước có các giá trị độ pH bất kỳ. Các dung dịch keo trong nước tạo ra được sử dụng cho thử nghiệm tính ổn định trong nước muối.

[0051] Mỗi trong số các mẫu đã được điều chế ở trên được bảo quản ở nhiệt độ 80°C, và mẫu được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình khi được

đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học (đường kính hạt trung bình DLS: nm).

Các kết quả được thể hiện trên Fig.2 và bảng 2 (nồng độ muối thấp: 35000ppm), Fig.3 và bảng 3 (nồng độ muối trung bình: 175000ppm), và Fig.4 và bảng 4 (nồng độ muối cao: 229000ppm).

Trong bảng 2, “Ví dụ 1, pH=3” trong cột “Dung dịch keo trong nước” tương ứng với mẫu được điều chế bằng cách bảo quản dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến 3, và sau đó làm loãng dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối thấp (35000ppm) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Mẫu đã được làm loãng bằng nước muối (pH=6,4) được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C.

Trong bảng 2, “Ví dụ 1, pH=5” trong cột “Dung dịch keo trong nước” tương ứng với mẫu được điều chế bằng cách bảo quản dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến 5, và sau đó làm loãng dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối thấp (35000ppm) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Mẫu đã được làm loãng bằng nước muối (pH=6,5) được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C.

Trong bảng 2, “Ví dụ 1, pH=6” trong cột “Dung dịch keo trong nước” tương ứng với mẫu được điều chế bằng cách bảo quản dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến 6, và sau đó làm loãng dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối thấp (35000ppm) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Mẫu đã được làm loãng bằng nước muối (pH=6,7) được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C.

Trong bảng 2, “Ví dụ 1, pH=9” trong cột “Dung dịch keo trong nước” tương ứng với mẫu được điều chế bằng cách bảo quản dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến 9, và sau đó làm loãng dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối thấp (35000ppm) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Mẫu đã được làm loãng bằng nước muối (pH=7,0) được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C.

Trong bảng 2, “Ví dụ so sánh 1, pH=8” trong cột “Dung dịch keo trong nước” tương ứng với mẫu được điều chế bằng cách bảo quản dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến 8, và sau đó làm loãng dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối thấp (35000ppm) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Mẫu đã được làm loãng bằng nước muối (pH=6,9) được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C.

Trong bảng 2, “Ví dụ so sánh 1, pH=3” trong cột “Dung dịch keo trong nước” tương ứng với mẫu được điều chế bằng cách bảo quản dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến 3, và sau đó làm loãng dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối thấp (35000ppm) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng. Mẫu đã được làm loãng bằng nước muối (pH=6,4) được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C.

Tương tự, các mẫu được thể hiện trong các bảng 3 và 4 được điều chế bằng cách bảo quản các dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1 sau khi điều chỉnh độ pH đến các giá trị khác nhau (xem giá trị độ pH trong cột “Dung dịch keo trong nước”), và làm loãng các dung dịch keo trong nước bằng nước muối có nồng độ muối trung bình hoặc nồng độ muối cao để đạt

được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng và độ pH từ lớn hơn hoặc bằng 5,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 8,0 (xem cột “độ pH của mẫu thử nghiệm tính ổn định trong nước muối”). Mỗi trong số các mẫu đã được làm loãng bằng nước muối được đánh giá về sự thay đổi đường kính hạt trung bình DLS trong quá trình bảo quản ở 80°C trong 30 ngày.

Như được thể hiện trên Fig.2 và bảng 2 (nồng độ muối thấp), Fig.3 và bảng 3 (nồng độ muối trung bình), và Fig.4 và bảng 4 (nồng độ muối cao), dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 3 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6) thể hiện sự thay đổi nhỏ về đường kính hạt trung bình DLS ngay cả sau khi bảo quản ở 80°C trong 30 ngày, khi so với dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1. Tuy nhiên, dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (pH=9) trong trường hợp nồng độ muối thấp và nồng độ muối trung bình, hoặc dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (pH lớn hơn hoặc bằng 7) trong trường hợp nồng độ muối cao thể hiện sự thay đổi lớn về đường kính hạt trung bình; cụ thể, sự thay đổi về đường kính hạt trung bình DLS của lớn hơn 200nm giữa trước và sau khi bảo quản trong 30 ngày.

[0052]

Bảng 2

Giá trị DLS, nồng độ muối thấp (35000ppm)

Dung dịch keo trong nước	Độ pH của mẫu thử nghiệm tính ổn định trong nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng)	Đường kính hạt trung bình DLS (nm)		Mức thay đổi đường kính hạt DLS (nm)
		Ngay sau khi điều chế	Sau khi bảo quản ở 80°C trong 30 ngày	
Ví dụ 1 pH=3	6,4	26,5	28,3	1,8
Ví dụ 1 pH=5	6,5	26,8	39,1	12,3
Ví dụ 1 pH=6	6,7	26,2	45,2	19,0
Ví dụ 1 pH=9	7,0	27,1	277,6	250,5
Ví dụ so sánh 1 pH=8	6,9	27,0	Không thể đo được	-
Ví dụ so sánh 1 pH=3	6,4	26,0	Không thể đo được	-

[0053]

Bảng 3

Giá trị DLS, nồng độ muối trung bình (175000ppm)

Dung dịch keo trong nước	Độ pH của mẫu thử nghiệm tính ổn định trong nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng)	Đường kính hạt trung bình DLS (nm)		Mức thay đổi đường kính hạt DLS (nm)
		Ngay sau khi điều chế	Sau khi bảo quản ở 80°C trong 30 ngày	
Ví dụ 1 pH=3	6,3	28,0	40,5	12,5
Ví dụ 1 pH=5	6,6	26,1	32,4	6,3
Ví dụ 1 pH=6	6,7	26,0	37,0	11,0
Ví dụ 1 pH=9	7,3	26,3	283,0	256,7
Ví dụ so sánh 1 pH=8	7,2	27,1	Không thể đo được	-
Ví dụ so sánh 1 pH=3	6,3	27,0	Không thể đo được	-

[0054]

Bảng 4

Giá trị DLS, nồng độ muối cao (229000ppm)

Dung dịch keo trong nước	Độ pH của mẫu thử nghiệm tính ổn định trong nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng)	Đường kính hạt trung bình DLS (nm)		Mức thay đổi đường kính hạt DLS (nm)
		Ngay sau khi điều chế	Sau khi bảo quản ở 80°C trong 30 ngày	
Ví dụ 1 pH=3	5,3	27,2	129,5	102,3
Ví dụ 1 pH=5	5,8	26,0	150,0	124,0
Ví dụ 1 pH=6	6,0	27,1	182,6	155,5
Ví dụ 1 pH=7	6,4	30,0	258,0	228,0
Ví dụ 1 pH=9	6,9	30,1	428,0	397,9
Ví dụ so sánh 1 pH=8	6,4	35,0	Không thể đo được	-
Ví dụ so sánh 1 pH=3	5,4	33,0	Không thể đo được	-

[0055] Thử nghiệm khả năng tạo bọt

Các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1, 2, 3, và 4 và ví dụ so sánh 1 được thử nghiệm khả năng tạo bọt bằng cách sử dụng thiết bị được thể hiện trên Fig.5 nhờ quy trình sau đây.

Nước muối chứa mỗi trong số các dung dịch keo silic oxit trong nước

được xử lý bề mặt (các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 đến 4 và ví dụ so sánh 1) (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng) được cho vào trong ngăn chịu áp để quan sát trực quan có cửa sổ quan sát (sẵn có từ TAMASEIKI IND. Co., Ltd., thể tích: 150ml). Sau đó, ngăn chịu áp được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C, và cacbon dioxit (sẵn có từ Nippon Ekitan Corporation, độ tinh khiết: lớn hơn hoặc bằng 99,99%) được bơm ép vào ngăn cho tới khi áp suất bên trong đạt 100atm (10132,5kPa), 200atm (20265kPa), hoặc 300atm (30397,5kPa). Dung dịch keo silic oxit trong nước được khuấy trộn bằng thanh khuấy ở tốc độ quay bằng 1000 đến 1500 vòng/phút (round per minute, rpm) trong 15 phút, và sau đó việc khuấy trộn được kết thúc để bằng cách đó cho phép dung dịch keo đứng yên. Khả năng tạo bột được đánh giá bằng cách quan sát trực quan trạng thái hình thành bột hoặc nhũ tương qua cửa sổ quan sát.

[0056] Thử nghiệm khả năng tạo bột 1

Các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2 và ví dụ so sánh 1 được thử nghiệm khả năng tạo bột bằng cách sử dụng chất thay thế dầu thô (n-decan).

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,43:1 (tỷ lệ khối lượng)), dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimetoxysilan (PTMS), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,35:1 (tỷ lệ khối lượng)), hoặc dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan

(GPTES), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,27:1 (tỷ lệ khối lượng)) được bổ sung vào nước muối để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, để bằng cách đó điều chế ba mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm (nước muối có nồng độ muối cao)) dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 1.

Mỗi mẫu nước muối dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 1 được trộn với cacbon dioxit để thu được (a) mẫu nước muối:cacbon dioxit = 50:50 (tỷ lệ thể tích) hoặc được trộn với cacbon dioxit và decan để thu được (b) mẫu nước muối:cacbon dioxit:decan = 20:60:20 (tỷ lệ thể tích), và hỗn hợp tạo ra được khuấy trộn ở nhiệt độ 100°C và áp suất 100atm (10132,5kPa), 200atm (20265kPa), hoặc 300atm (30397,5kPa) bằng thanh khuấy ở tốc độ quay bằng 1500rpm trong 15 phút.

Fig.6 thể hiện các hình ảnh quan sát của các mẫu hỗn hợp ngay sau khi kết thúc khuấy trộn (0 phút) và sau khi được để yên trong 30 phút.

[0057] Trong các hình ảnh quan sát được thể hiện trên Fig.6 và các Fig.7 và 8 dưới đây, phần đục (phần màu trắng đồng nhất) trong mỗi hình tròn (cửa sổ quan sát) cho biết sự hình thành của bọt hoặc nhũ tương, và phần sẫm màu ở phía dưới của hình tròn cho biết nước muối. Việc quan sát các chỗ trống hoặc sự không đều màu trong phần đục của hình tròn cho biết sự hình thành không đủ bọt hoặc nhũ tương. Sự hình thành của bọt hoặc nhũ tương cho phép nó đi vào các lỗ rỗng trong lõi đá và có chức năng thu hồi dầu thô.

[0058] Như được thể hiện trên Fig.6(a), mẫu được điều chế bằng cách trộn mẫu nước muối dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 1 (“NƯỚC MUỐI” được thể hiện trên Fig.6) và cacbon dioxit ở các tỷ lệ thể tích 50/50 bằng cách sử dụng mỗi trong số các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2 thể hiện khả năng tạo bọt cao.

Như được thể hiện trên Fig.6(b), mẫu được điều chế bằng cách trộn mẫu

nước muối dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 1, cacbon dioxit, và chất thay thế dầu thô (n-decan) ở các tỷ lệ thể tích 20/60/20 bằng cách sử dụng mỗi trong số các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2 thể hiện khả năng tạo bọt cao.

Các kết quả này đưa ra giả thuyết rằng các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2 có khả năng cao trong việc vết dầu thô trong các lỗ rỗng của mẫu lõi.

Ngược lại, trong trường hợp của ví dụ so sánh, các chỗ trống hoặc sự không đều màu được quan sát trên phía trên của hình tròn ngay sau khi kết thúc quá trình khuấy trộn trong 15 phút (0 phút) và ngay cả sau khi được để yên trong 30 phút (nghĩa là, hình thành không đủ bọt hoặc nhũ tương), đặc biệt như được thể hiện trong các kết quả của thử nghiệm bằng cách sử dụng chất thay thế dầu thô (Fig.6(b)). Các kết quả đưa ra giả thuyết rằng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh có khả năng kém trong việc vết dầu thô.

[0059] Thử nghiệm khả năng tạo bọt 2

Các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 3 và 4 và ví dụ so sánh 1 được thử nghiệm khả năng tạo bọt.

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 3 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) và epoxyxyclohexyletyltrimetoxysilan (EPCHS), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,65:1 (tỷ lệ khối lượng)), dung dịch keo trong nước của ví dụ 4 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS) và epoxyxyclohexyletyltrimetoxysilan (EPCHS), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,49:1 (tỷ lệ khối lượng)), hoặc dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá

trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan (GPTEs), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,27:1 (tỷ lệ khối lượng)) được bổ sung vào nước muối để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, để bằng cách đó điều chế ba mẫu nước muối (nồng độ muối: 14,000ppm (nước vỉa ở mỏ dầu trong nước)) dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 2.

Mỗi mẫu nước muối dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 2 được trộn với cacbon dioxit để thu được mẫu nước muối:cacbon dioxit = 50:50 (tỷ lệ thể tích), và hỗn hợp tạo ra được khuấy trộn ở nhiệt độ 100°C và áp suất 185atm (18745,125kPa) hoặc 300atm (30397,5kPa) bằng thanh khuấy ở tốc độ quay bằng 1000rpm, 1250rpm, hoặc 1500rpm trong 15 phút.

Fig.7 thể hiện các hình ảnh quan sát của các mẫu hỗn hợp ngay sau khi kết thúc khuấy trộn và sau khi được để yên trong 30 phút sau quá trình khuấy trộn trong 15 phút ở 1500rpm.

Như được thể hiện trên Fig.7, mẫu được điều chế bằng cách sử dụng mỗi trong số các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 3 và 4 thể hiện khả năng tạo bọt cao. Các kết quả đưa ra giả thuyết rằng các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 3 và 4 có khả năng cao trong việc vét dầu thô trong các lỗ rỗng của lõi đá.

[0060] Thử nghiệm khả năng tạo bọt 3: Thử nghiệm tính ổn định lâu dài của bọt hoặc nhũ tương

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimethoxysilan (GPS), hợp chất silan:các hạt silic oxit = 0,43:1 (tỷ lệ khối lượng)) hoặc dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimethoxysilan (PTMS), hợp

chất silan: các hạt silic oxit = 0,35:1 (tỷ lệ khối lượng)) được bổ sung vào nước muối để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, để bằng cách đó điều chế hai mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm (nước muối có nồng độ muối cao)) dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 3.

Mỗi mẫu nước muối dùng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt 3 được trộn với cacbon dioxid và decan để thu được mẫu nước muối: cacbon dioxid: decan = 20:60:20 (tỷ lệ thể tích), và hỗn hợp tạo ra được khuấy trộn ở nhiệt độ 100°C và áp suất 200atm (20265kPa) bằng thanh khuấy ở tốc độ quay bằng 1500rpm trong 15 phút.

Fig.8 thể hiện các hình ảnh quan sát của các mẫu hỗn hợp sau khi được để yên trong 30 phút, một ngày, ba ngày, và bảy ngày sau khi kết thúc khuấy trộn.

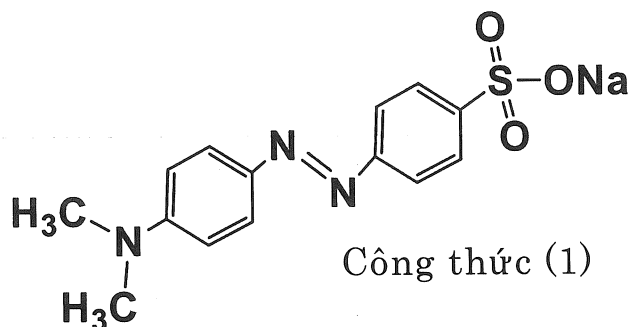
Như được thể hiện trên Fig.8, mẫu được điều chế bằng cách sử dụng mỗi trong số các dung dịch keo trong nước của các ví dụ 1 và 2 duy trì khả năng tạo bọt cao ngay cả sau khi được để yên trong bảy ngày. Các kết quả cho biết rằng bọt hoặc nhũ tương tạo ra thể hiện tính ổn định lâu dài vượt trội.

[0061] Quan sát bọt hoặc nhũ tương

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS), hợp chất silan: các hạt silic oxit = 0,43:1 (tỷ lệ khối lượng)) được bổ sung vào nước muối để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, để bằng cách đó điều chế mẫu nước muối (nồng độ muối: 229000ppm (nước muối có nồng độ muối cao), pH=5,2) dùng để quan sát bọt hoặc nhũ tương.

Thuốc nhuộm tan trong nước (cam metyl) có công thức (1) sau đây được bổ sung vào mẫu nước muối dùng để quan sát bọt hoặc nhũ tương sao cho hàm

lượng thuốc nhuộm của nước muối bằng 0,3% khối lượng.



Mẫu nước muối dùng để quan sát bọt hoặc nhũ tương được trộn với cacbon dioxid và decan để thu được mẫu nước muối:cacbon dioxid:decan = 50:30:20 (tỷ lệ thể tích), và hỗn hợp tạo ra được khuấy trộn ở nhiệt độ 100°C và áp suất 100atm (10132,5kPa) đến 300atm (30397,5kPa) bằng thanh khuấy ở tốc độ quay bằng 1500rpm trong 15 phút.

Mẫu đã khuấy trộn được chuyển từ ngăn chịu áp để quan sát trực quan của thiết bị được sử dụng cho thử nghiệm khả năng tạo bọt được thể hiện trên Fig.5 đến ngăn chịu áp để quan sát hiển vi, và trạng thái của bọt hoặc nhũ tương được quan sát bằng kính hiển vi quang học.

Các Fig.9 và 10 là các hình ảnh hiển vi quang học thể hiện mỗi nhũ tương được tạo ra ở áp suất 100atm (10132,5kPa), và Fig.11 là hình ảnh hiển vi quang học thể hiện bọt được tạo ra ở áp suất 300atm (30397,5kPa).

Các Fig.12 và 13 là các hình vẽ phác họa mỗi hình vẽ thể hiện sự hình thành nhũ tương, và Fig.14 là hình vẽ phác họa thể hiện sự hình thành bọt.

Fig.9 (xem hình vẽ phác họa của Fig.12) thể hiện nhũ tương W/O chứa pha liên tục được hình thành từ decan, và pha phân tán được hình thành nhờ sự đồng tồn tại của các giọt nhỏ không màu (cacbon dioxid) và các giọt nhỏ sẫm màu (nước chứa các hạt silic oxit). Như được thể hiện trên Fig.12, mỗi giọt nhỏ sẫm màu (pha phân tán được tạo ra từ nước chứa các hạt silic oxit) được hình thành từ các hạt silic oxit trên bề mặt của giọt nhỏ, nước bên trong, và

các hạt silic oxit trong nước.

Fig.10 (xem hình vẽ phác họa của Fig.13) thể hiện nhũ tương O/W chứa pha liên tục hình thành từ nước chứa các hạt silic oxit, và pha phân tán được hình thành nhờ sự đồng tồn tại của các giọt nhỏ (cacbon dioxit) và các giọt nhỏ (decan). Như được thể hiện trên Fig.13, pha liên tục hình thành từ nước và các hạt silic oxit trong nước, và pha phân tán được hình thành từ cacbon dioxit hoặc decan (các giọt nhỏ) trong đó các hạt silic oxit có mặt trên bề mặt của mỗi giọt nhỏ.

Fig.11 (xem hình vẽ phác họa của Fig.14) thể hiện pha phân tán chứa bột được hình thành từ pha đồng nhất chứa decan và cacbon dioxit và các hạt silic oxit có mặt trên bề mặt của bột, và pha liên tục được hình thành từ nước chứa các hạt silic oxit.

[0062] Thành phần và quan sát profin của mẫu lõi đá

Số liệu thành phần của mẫu lõi đá được sử dụng để đánh giá quá trình thu hồi dầu thô được mô tả dưới đây thu được qua quy trình đã nêu ở trên, và profin của mẫu lõi đá được quan sát.

Mẫu lõi đá được sử dụng là mẫu cát kết (loại SiO_2) Berea Sandstone (sẵn có từ Core Lab Instruments, dưới đây được gọi là “BSS”) hoặc mẫu đá cacbonat (loại CaCO_3) Indiana 200md (sẵn có từ Kocurek, dưới đây được gọi là “IN 200md”).

Mẫu lõi đá (mẫu cát kết hoặc mẫu đá cacbonat) được sử dụng cho các thử nghiệm đánh giá khác nhau là mẫu hình trụ có đường kính 1,5 inxơ và chiều dài 1 fút (khoảng 3,8cm đường kính $\times$ 30,5cm chiều dài) được điều chế bằng cách rửa hồi lưu-chiết bằng toluen để loại bỏ dầu và nước tiếp theo là làm khô trong một ngày ở 120°C , và sau đó rửa hồi lưu-chiết bằng metanol để loại bỏ muối tiếp theo là làm khô trong một ngày ở 80°C .

Bảng 5 thể hiện số liệu thành phần tạo ra của mỗi mẫu (phân tích huỳnh quang tia X, thành phần dựa trên cơ sở oxit). Fig.15 là hình ảnh thể hiện vẻ bề ngoài của các mẫu lõi đá, cũng như các kết quả quan sát profin bề mặt của các mẫu (các ảnh kính hiển vi điện tử quét (độ phóng đại: 500)) (Fig.15(a): cát kết (BSS), Fig.15(b): các đá cacbonat (IN 200md)).

[0063]

Bảng 5

Mẫu lõi đá (thành phần dựa trên cơ sở các oxit)

Thành phần (% khối lượng)	Cát kết (loại SiO ₂)	Các đá cacbonat (loại CaCO ₃)
	BSS	IN 200md
SiO ₂	88,5	0,6
Al ₂ O ₃	6,6	-
CaO	1,1	98,0
MgO	0,5	0,4
Fe ₂ O ₃	1,9	0,8
K ₂ O	1,4	0,2

[0064] Thể tích lỗ rỗng và độ thấm khí của mẫu lõi đá

Độ xốp và độ thấm khí của mẫu lõi đá đã nêu ở trên được đo để bằng cách đó xác định thể tích lỗ rỗng của nó.

Độ xốp được đo bằng máy đo độ xốp heli (sẵn có từ Core Lab Instruments).

Độ thấm khí được đo bằng máy đo độ thấm khí (sẵn có từ Core Lab Instruments).

Các phép đo này được thực hiện trên năm mẫu cát kết (BSS) và chín mẫu các đá cacbonat (IN 200md). Các kết quả được thể hiện trong các bảng 6

và 7.

[0065]

Bảng 6

Thể tích lỗ rỗng và độ thấm khí của mẫu cát kết

Mẫu cát kết	Thể tích lỗ rỗng (cc)	Độ xốp (%)	Độ thấm khí (md)
Berea Sandstone-1	64,8	19,3	252
Berea Sandstone-2	64,3	19,0	251
Berea Sandstone-3	64,4	19,1	255
Berea Sandstone-4	64,5	19,0	252
Berea Sandstone-5	64,5	19,0	251

[0066]

Bảng 7

Thể tích lỗ rỗng và độ thấm khí của mẫu đá cacbonat

Mẫu đá cacbonat	Thể tích lỗ rỗng (cc)	Độ xốp (%)	Độ thấm khí (md)
Indiana 200md-1	53,5	15,5	217
Indiana 200md-2	51,6	15,0	107
Indiana 200md-3	51,9	15,1	177
Indiana 200md-4	48,3	14,0	111
Indiana 200md-5	44,9	13,0	64
Indiana 200md-6	50,5	14,6	253
Indiana 200md-7	49,3	14,3	76
Indiana 200md-8	52,4	15,2	320
Indiana 200md-9	49,9	14,5	160

[0067] Các mẫu đá cacbonat (IN 200md) được sử dụng để đánh giá thu hồi dầu thô được mô tả dưới đây được chọn như sau. Cụ thể, trên cơ sở của đồ thị K

(độ thấm khí)-Phi (độ xốp) được thể hiện trên Fig.16, các mẫu lõi có độ thấm thấp ($\square$) và các mẫu lõi có độ thấm cao ($\triangle$) được loại bỏ, và các mẫu lõi đá có độ thấm trung bình (độ thấm khí: khoảng từ $150 \pm 50\text{md}$) ($\bullet$) được chọn và được sử dụng để đánh giá quá trình thu hồi dầu thô.

[0068] Đánh giá quá trình thu hồi dầu thô bằng cách sử dụng mẫu lõi đá

Dung dịch keo trong nước được điều chế trong ví dụ 1 được đánh giá thu hồi dầu thô (giả định vỉa chứa dầu dưới đất) qua quy trình được mô tả dưới đây bằng cách sử dụng thiết bị thử nghiệm dòng mẫu lõi (bố trí đường ống và thiết bị) được thể hiện trên Fig.17 và bằng cách sử dụng dầu thô Trung Đông và các mẫu lõi đá (cát kết (BSS) và các đá cacbonat (IN 200md)).

Như được thể hiện trên Fig.17, thiết bị thử nghiệm dòng mẫu lõi bao gồm các máy bơm bơm ép (sẵn có từ Schlumberger), xy lanh piston CO_2 để nạp chất lưu, xy lanh piston cho các hạt nano và nước muối, và xy lanh piston dầu thô (sẵn có từ VINCI Technologies), giá đỡ lõi (sẵn có từ VINCI Technologies), máy bơm áp lực nén (sẵn có từ VINDUM ENGINEERING), van áp lực ngược và máy bơm áp lực ngược (sẵn có từ VINCI Technologies), bộ tách khí-lỏng (bộ phận thu hồi dầu thô) đối với chất lưu thu hồi được (sẵn có từ VINCI Technologies), đồng hồ đo khí ẩm để đo lượng khí tự do (sẵn có từ Shinagawa Corporation), bộ chuyển đổi áp lực (sẵn có từ VALCOM), bầu nhiệt kế điện trở để đo nhiệt độ lõi, nhiệt độ buồng ổn nhiệt, và nhiệt độ khí tự do (sẵn có từ Chino Corporation), và buồng ổn nhiệt không khí (sẵn có từ Sunaka Rika Kogyo K. K.). Áp lực thượng lưu và hạ lưu của giá đỡ lõi, áp lực nén (áp lực bên) của giá đỡ lõi, áp lực để kiểm soát van áp lực ngược, các nhiệt độ của lõi và buồng ổn nhiệt, và lượng và nhiệt độ của khí tự do được ghi lại mỗi giây bằng máy tính qua máy ghi dữ liệu (sẵn có từ GRAPHTEC).

[0069] Ví dụ thử nghiệm 1: Đánh giá quá trình thu hồi dầu thô bằng cách sử

dụng cát kết (BSS)

Mẫu lõi cát kết (BSS) (một mẫu) được lồng trong ống bọc cao su được đặt trong giá đỡ lõi được thể hiện trên Fig.17, và các lỗ rỗng của lõi cát kết (BSS) được hút chân không, tiếp theo là hút chân không không gian hình khuyên giữa ống bọc cao su và thành bên trong của giá đỡ lõi (không gian hình khuyên để nạp chất lưu bằng áp lực nén (áp lực bên)). Sau khi không gian hình khuyên được làm bão hòa bằng chất lưu đã được gia áp từ máy bơm áp lực nén bằng cách hút áp suất khí quyển, áp lực nén (áp lực bên) được tăng lên đến 68,0atm (6890,1kPa) bằng máy bơm áp lực nén, để bằng cách đó xác định không có sự rò rỉ vào trong các lỗ rỗng của lõi cát kết (BSS) và ra bên ngoài. Van áp lực ngược được đặt đến 200atm (20265kPa) (nghĩa là, các điều kiện thử nghiệm) bằng máy bơm áp lực ngược. Máy bơm bơm ép 2 được nối với xy lanh piston dầu thô, và dầu thô được đưa vào trong các lỗ rỗng đã được hút chân không của lõi cát kết (BSS), tiếp theo là gia áp đến 34,0atm (3445,05kPa) và điều khiển máy bơm ở áp lực không đổi. Để đạt được áp lực chênh lệch được đặt cho thử nghiệm đánh giá thu hồi dầu thô (áp lực cài đặt áp lực ngược + 68,0atm (1000psi (6890,1kPa))), áp lực nén (áp lực bên) được tăng lên đến 102,0atm (10335,15kPa), và lượng của dầu thô đưa vào được ghi lại. Thể tích chết đo được sơ bộ giữa các van thượng lưu và hạ lưu của giá đỡ lõi được trừ đi từ lượng của dầu thô đưa vào ở áp lực chênh lệch 68,0atm (6890,1kPa), để bằng cách đó xác định thể tích bão hòa dầu thô 100% của lõi các lỗ rỗng, mà được sử dụng làm thể tích lỗ rỗng của lõi để tính tỷ lệ thu hồi dầu thô. Trong lúc kiểm tra là không có sự rò rỉ, áp lực nén (áp lực bên) và sau đó áp lực trong các lỗ rỗng của lõi được tăng lên với các số gia 34,0atm (3445,05kPa), và áp lực nén (áp lực bên) và áp lực trong các lỗ rỗng của lõi được đặt đến 268,1atm (27165,2325kPa) và 200,0atm (20265kPa) (các áp lực thử nghiệm), tương ứng.

Máy bơm bơm ép 2 được đặt đến chế độ điều khiển tốc độ dòng không đổi, và dầu thô được bơm ở tốc độ dòng thấp, để bằng cách đó xác định hoạt động của van áp lực ngược và trạng thái đầu ra tín hiệu của bộ chuyển đổi áp lực. Van thượng lưu của xy lanh piston dầu thô được đóng, và áp lực bên trong của xy lanh piston để nạp chất lưu được kiểm soát ở áp lực không đổi là 200atm (20265kPa) bởi các máy bơm bơm ép 1 và 2. Buồng ổn nhiệt không khí được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng với số gia 10°C, và nhiệt độ của buồng ổn nhiệt không khí được giữ ở 100°C (nhiệt độ thử nghiệm). Về thể tích giãn nở chất lưu trong quá trình gia tăng nhiệt độ, áp lực bên trong của xy lanh piston để nạp chất lưu được giữ ở 200atm (20265kPa) bởi các máy bơm bơm ép 1 và 2, dầu thô trong giá đỡ lõi được xả ra từ van áp lực ngược và được giữ ở 200atm (20265kPa), và áp lực nén (áp lực bên) được giữ ở 268,1atm (27165,2325kPa) bằng máy bơm áp lực nén.

Sau đó, chất lỏng được điều chế bằng nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)) được bơm ép từ xy lanh piston dùng cho các hạt nano và nước muối, và cacbon dioxit được bơm từ xy lanh piston CO₂. Chất lỏng được điều chế từ nước muối và cacbon dioxit đồng thời được bơm ép ở tỷ lệ 1:1 ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày) vào trong mẫu lõi cát kết (BSS) đã được làm bão hòa bằng dầu thô trong giá đỡ lõi. Đối với ví dụ thử nghiệm so sánh, chỉ cacbon dioxit được bơm ép ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày) vào trong mẫu lõi bão hòa bằng dầu thô. Chất lưu bơm ép được bơm ép vào mẫu lõi ở 100°C, áp lực kiểm soát áp lực ngược bằng 200atm (20265kPa), và áp lực nén (áp lực bên) bằng 268,1atm

(27165,2325kPa). Việc bơm ép được thực hiện cho tới khi thể tích của chất lưu bơm ép được phản ứng 120% so với thể tích lỗ rỗng của mẫu lõi.

Tỷ lệ thu hồi dầu thô được tính từ lượng của dầu thô được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) bằng cách bơm ép chất lưu bơm ép (dung dịch keo trong nước của ví dụ 1, nước muối, và cacbon dioxit) vào trong mẫu lõi. Các kết quả được thể hiện trên Fig.18 và bảng 8.

Ngoài ra, chất lỏng được điều chế bằng nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimethoxysilan (PTMS)) được sử dụng, và tỷ lệ thu hồi dầu thô được đánh giá nhờ cùng một quy trình như đã mô tả ở trên. Các kết quả cũng được thể hiện trên Fig.18 và bảng 8.

[0070] Fig.18 và bảng 8 thể hiện lượng bơm ép (tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (thể tích bơm ép/thể tích lỗ rỗng): PV) của chất lưu (dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 hoặc ví dụ 2, nước muối, và cacbon dioxit) (tương ứng với trục hoành), và lượng (%) của dầu thô được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) (tương ứng với trục tung) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0. Trên Fig.18, ký hiệu “●” tương ứng với các kết quả của việc bơm ép đồng thời nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glycidoxypentyltrimethoxysilan (GPS)) và cacbon dioxit ở tỷ lệ 1:1 ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày); ký hiệu “◇” tương ứng với các kết quả của việc bơm ép đồng thời nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối:

175000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimethoxysilan (PTMS)) và cacbon dioxit ở tỷ lệ 1:1 ở tốc độ dòng 4 ft/ngày (121,92cm/ngày); và ký hiệu “○” tương ứng với các kết quả của việc bơm ép chỉ cacbon dioxit ở tốc độ dòng 4 ft/ngày (121,92cm/ngày).

Như được thể hiện trên Fig.18 và bảng 8, khi lượng bơm ép của chất lưu vào trong các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) đạt 1,20 (120%), tỷ lệ thu hồi dầu thô bằng 58,5% trong trường hợp bơm ép dung dịch keo trong nước của ví dụ 1, nước muối, và cacbon dioxit; tỷ lệ thu hồi dầu thô bằng 61,6% trong trường hợp bơm ép dung dịch keo trong nước của ví dụ 2, nước muối, và cacbon dioxit; và tỷ lệ thu hồi dầu thô bằng 50,5% trong trường hợp bơm ép chỉ cacbon dioxit.

[0071]

Bảng 8

Mẫu lõi cát kết (BSS), tỷ lệ thu hồi dầu thô

Ví dụ so sánh		Ví dụ 1		Ví dụ 2	
Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng: PV	Tỷ lệ thu hồi dầu thô CO ₂ (%)	Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng: PV	Tỷ lệ thu hồi dầu thô bột CO ₂ (%) Ví dụ 1 (loại GPS)	Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng: PV	Tỷ lệ thu hồi dầu thô bột CO ₂ (%) Ví dụ 2 (loại APTES)
0,00	0,0	0,00	0,0	0,00	0,0
0,16	10,1	0,10	8,6	0,08	9,8
0,26	15,2	0,21	16,8	0,21	23,9
0,35	19,6	0,33	24,4	0,34	35,6

0,44	25,5	0,45	32,0	0,47	43,3
0,54	29,2	0,57	39,2	0,60	49,2
0,63	32,7	0,69	47,7	0,73	55,0
0,72	36,5	0,80	54,2	0,86	57,3
0,82	39,4	0,92	56,3	0,99	59,2
0,91	42,5	1,04	57,2	1,12	60,6
1,09	48,1	1,16	58,1	1,20	61,6
1,20	50,5	1,20	58,5	-	-

[0072] Ví dụ thử nghiệm 2: Thử nghiệm thu hồi dầu thô bằng cách sử dụng các đá cacbonat (IN 200 md)

Mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md) (một mẫu) được lồng trong ống bọc cao su được đặt trong giá đỡ lõi được thể hiện trên Fig.17, và các lỗ rỗng của lõi đá cacbonat (IN 200md) được hút chân không, tiếp theo là hút chân không không gian hình khuyên giữa ống bọc cao su và thành bên trong của giá đỡ lõi (không gian hình khuyên để nạp chất lưu bằng áp lực nén (áp lực bên)). Sau đó, không gian hình khuyên được làm bão hòa bằng chất lưu đã được gia áp từ máy bơm áp lực nén bằng cách hút áp lực khí quyển, áp lực nén (áp lực bên) được tăng lên đến 68,0atm (6890,1kPa) bằng máy bơm áp lực nén, để bằng cách đó xác định rằng không có sự rò rỉ vào trong các lỗ rỗng của lõi đá cacbonat (IN 200md) và ra bên ngoài. Van áp lực ngược được đặt đến 200atm (20265kPa) (nghĩa là, các điều kiện thử nghiệm) bằng máy bơm áp lực ngược. Máy bơm bơm ép 2 được nối với xy lanh piston dầu thô, và dầu thô được đưa vào trong các lỗ rỗng đã được hút chân không của lõi đá cacbonat (IN 200md), tiếp theo là gia áp đến 34,0atm (3445,05kPa) và điều khiển máy bơm ở áp lực không đổi. Để đạt được áp lực chênh lệch được đặt cho thử nghiệm đánh giá thu hồi dầu thô (áp lực cài đặt áp lực ngược + 68,0atm (1000 psi (6890,1kPa))),

áp lực nén (áp lực bên) được tăng lên đến 102,0atm (10335,15kPa) và lượng của dầu thô đưa vào được ghi lại. Thể tích chết đo được sơ bộ giữa các van thượng lưu và hạ lưu của giá đỡ lõi được trừ đi từ lượng của dầu thô đưa vào ở áp lực chênh lệch 68,0atm (6890,1kPa), để bằng cách đó xác định thể tích bão hòa dầu thô 100% của các lỗ rỗng của lõi, mà được sử dụng làm thể tích lỗ rỗng của lõi để tính của tỷ lệ thu hồi dầu thô. Trong lúc xác định rằng không có rò rỉ, áp lực nén (áp lực bên) và sau đó áp lực trong các lỗ rỗng của lõi được tăng lên với các số gia 34,0atm, (3445,05kPa) và áp lực nén (áp lực bên) và áp lực trong các lỗ rỗng của lõi được đặt đến 268,1atm (27165,2325kPa) và 200,0atm (20265kPa) (các áp lực thử nghiệm), tương ứng. Máy bơm bơm ép 2 được đặt thành chế độ điều khiển tốc độ dòng không đổi, và dầu thô được bơm ở tốc độ dòng thấp, để bằng cách đó xác định hoạt động của van áp lực ngược và trạng thái đầu ra tín hiệu của bộ chuyển đổi áp lực. Van thượng lưu của xy lanh piston dầu thô được đóng, và áp lực bên trong của xy lanh piston để nạp chất lưu được kiểm soát ở áp lực không đổi 200atm (20265kPa) bởi các máy bơm bơm ép 1 và 2. Buồng ổn nhiệt không khí được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng với số gia 10°C, và nhiệt độ của buồng ổn nhiệt không khí được giữ ở 100°C (nhiệt độ thử nghiệm). Về thể tích giãn nở chất lưu trong quá trình sự gia tăng nhiệt độ, áp lực bên trong của xy lanh piston để nạp chất lưu được giữ ở 200atm (20265kPa) bởi các máy bơm bơm ép 1 và 2, dầu thô trong giá đỡ lõi được xả ra từ van áp lực ngược và được giữ ở 200atm (20265kPa) (20265kPa), và áp lực nén (áp lực bên) được giữ ở 268,1atm (27165,2325kPa) bằng máy bơm áp lực nén.

Sau đó, chất lỏng được điều chế bằng nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 229000ppm (nước muối có nồng độ muối cao)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit

chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)) được bơm từ xy lanh piston dùng cho các hạt nano và nước muối, và cacbon dioxit được bơm từ xy lanh piston CO₂. Chất lỏng được điều chế từ nước muối và cacbon dioxit đồng thời được bơm ở tỷ lệ 1:1 ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày) vào trong mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md) bão hòa bằng dầu thô trong giá đỡ lõi. Đối với ví dụ thử nghiệm so sánh, chỉ cacbon dioxit được bơm ép ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày) vào trong mẫu lõi bão hòa bằng dầu thô. Chất lưu bơm ép được bơm ép vào mẫu lõi ở 100°C, áp lực kiểm soát áp lực ngược bằng 200atm (20265kPa) (20265kPa), và áp lực nén (áp lực bên) bằng 268,1atm (27165,2325kPa). Việc bơm ép được thực hiện cho tới khi thể tích của chất lưu bơm ép được phản ứng 120% so với thể tích lỗ rỗng của mẫu lõi.

Tỷ lệ thu hồi dầu thô được tính từ lượng của dầu thô được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md) bằng cách bơm ép chất lưu bơm ép (dung dịch keo trong nước của ví dụ 1, nước muối, và cacbon dioxit) vào trong mẫu lõi. Các kết quả được thể hiện trên Fig.19 và bảng 9.

[0073] Fig.19 và bảng 9 thể hiện lượng bơm ép (tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (thể tích bơm ép/thể tích lỗ rỗng): PV) của chất lưu (dung dịch keo trong nước của ví dụ 1, nước muối, và cacbon dioxit) (tương ứng với trục hoành), và lượng (%) của dầu thô được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md) (tương ứng với trục tung) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0. Trên Fig.19, ký hiệu “●” tương ứng với các kết quả của việc bơm ép đồng thời nước muối (nồng độ muối: 229000ppm) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)) và cacbon dioxit ở tỷ lệ 1:1 ở tốc độ

dòng 4 fút/ngày, và ký hiệu “○” tương ứng với các kết quả của việc chỉ bơm ép cacbon dioxit ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày).

Như được thể hiện trên Fig.19 và bảng 9, khi lượng bơm của chất lưu vào trong các lỗ rỗng của mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md) đạt 1,20 (120%), tỷ lệ thu hồi dầu thô bằng 51,4% trong trường hợp bơm ép dung dịch keo trong nước của ví dụ 1, nước muối, và cacbon dioxit, và tỷ lệ thu hồi dầu thô bằng 37,0% trong trường hợp chỉ bơm ép cacbon dioxit.

[0074]

Bảng 9

Mẫu lõi đá cacbonat (IN 200md), tỷ lệ thu hồi dầu thô

Ví dụ so sánh		Ví dụ 1	
Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng: PV	Tỷ lệ thu hồi dầu thô CO ₂ (%)	Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng: PV	Tỷ lệ thu hồi dầu thô bọt CO ₂ (%)
0,00	0,0	0,00	0,0
0,10	5,7	0,06	4,4
0,22	12,5	0,18	14,0
0,34	21,1	0,30	23,1
0,47	26,8	0,43	31,2
0,59	31,0	0,55	34,3
0,71	32,7	0,67	37,4
0,83	34,3	0,80	40,4
0,96	35,5	0,92	44,2
1,08	36,4	1,04	48,5
1,20	37,0	1,20	51,4

[0075] Ví dụ thử nghiệm 3: Thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng trong lõi đá bởi dung dịch keo trong nước (ví dụ 1) bằng cách sử dụng

cát kết (BSS)

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 được sử dụng để điều chế mẫu có nồng độ muối trung bình (175000ppm), nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, và độ pH=6,3 theo cùng một cách như được mô tả trong phần Thử nghiệm tính ổn định trong nước muối. Mẫu được bảo quản ở 80°C trong bảy ngày, và sau đó mẫu được thử nghiệm để xác định liệu có hay không việc nó làm tắc nghẽn các lỗ rỗng của lõi đá.

Fig.20(a) thể hiện mẫu (sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ 1) được sử dụng trong thử nghiệm này. Xác nhận trực quan rằng các hạt silic oxit của dung dịch keo trong nước được phân tán đồng nhất và không kết tủa.

Dung dịch keo trong nước được điều chế nhờ quy trình của ví dụ 1 như đã mô tả ở trên được bổ sung vào nước muối (nồng độ muối trung bình (175000ppm, pH=6,3)) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, và hỗn hợp được bảo quản ở 80°C trong bảy ngày, để điều chế mẫu. Nhờ quy trình được mô tả dưới đây, thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng trong lõi đá (giả định vỉa chứa dầu dưới đất) được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị thử nghiệm tắc nghẽn lỗ rỗng của lõi (bố trí đường ống và thiết bị) được thể hiện trên Fig.21 và bằng cách sử dụng mẫu lõi đá (cát kết, BSS-4) đã được làm bão hòa bằng mẫu và nước cất.

Như được thể hiện trên Fig.21, thiết bị thử nghiệm dòng mẫu lõi bao gồm các máy bơm bơm ép (sẵn có từ Schlumberger), xy lanh piston CO₂ để nạp chất lưu, xy lanh piston dùng cho các hạt nano và nước muối, và xy lanh piston nước cất (sẵn có từ VINCI Technologies), giá đỡ lõi (sẵn có từ VINCI Technologies), máy bơm áp lực nén (sẵn có từ VINDUM ENGINEERING), van áp lực ngược và máy bơm áp lực ngược (sẵn có từ VINCI Technologies), bộ tách khí-lỏng đối với chất lưu thu hồi được (sẵn có từ VINCI Technologies),

đồng hồ đo khí ẩm để đo lượng khí tự do (sẵn có từ Shinagawa Corporation), bộ chuyển đổi áp lực (sẵn có từ VALCOM), bầu nhiệt kế điện trở để đo nhiệt độ lõi, nhiệt độ buồng ổn nhiệt, và nhiệt độ khí tự do (sẵn có từ Chino Corporation), và buồng ổn nhiệt không khí (sẵn có từ Sunaka Rika Kogyo K. K.). Áp lực thượng lưu và hạ lưu của giá đỡ lõi, áp lực nén (áp lực bên) của giá đỡ lõi, áp lực để kiểm soát van áp lực ngược, các nhiệt độ của lõi và buồng ổn nhiệt, và lượng và nhiệt độ của khí tự do được ghi lại mỗi giây bằng máy tính qua máy ghi dữ liệu (sẵn có từ GRAPHTEC).

[0076] Ví dụ thử nghiệm 3: Thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng trong lõi đá bởi dung dịch keo trong nước (các ví dụ 1 và 2) bằng cách sử dụng cát kết (BSS)

Mẫu lõi cát kết (BSS) (một mẫu) được lồng trong ống bọc cao su được đặt trong giá đỡ lõi được thể hiện trên Fig.21, và các lỗ rỗng của lõi cát kết (BSS) được hút chân không, tiếp theo là hút chân không không gian hình khuyên giữa ống bọc cao su và thành bên trong của giá đỡ lõi (không gian hình khuyên để nạp chất lưu bằng áp lực nén (áp lực bên)). Sau khi không gian hình khuyên được làm bão hòa bằng chất lưu đã được gia áp từ máy bơm áp lực nén bằng cách hút áp lực khí quyển, áp lực nén (áp lực bên) được tăng lên đến 68,0atm (6890,1kPa) bằng máy bơm áp lực nén, để bằng cách đó xác định rằng không có sự rò rỉ vào trong các lỗ rỗng của lõi cát kết (BSS) và ra bên ngoài. Van áp lực ngược được đặt đến 200atm (20265kPa) (nghĩa là, các điều kiện thử nghiệm) bằng máy bơm áp lực ngược. Máy bơm bơm ép 2 được nối với xy lanh piston nước cất, và nước cất được đưa vào trong các lỗ rỗng đã được hút chân không của lõi cát kết (BSS), tiếp theo là gia áp đến 34,0atm (3445,05kPa) và điều khiển máy bơm ở áp lực không đổi. Để đạt được áp lực chênh lệch được đặt cho thử nghiệm đánh giá sự tắc nghẽn (áp lực cài đặt áp lực ngược +

68,0atm (1000 psi (6890,1kPa))), áp lực nén (áp lực bên) được tăng lên đến 102,0atm (10335,15kpa) và lượng của nước cát đưa vào được ghi lại. Thể tích chết đo được sơ bộ giữa các van thượng lưu và hạ lưu của giá đỡ lõi được trừ đi từ lượng của nước cát đưa vào ở áp lực chênh lệch 68,0atm ((6890,1kPa), để bằng cách đó xác định thể tích bão hòa nước cát 100% của các lỗ rỗng của lõi, mà được sử dụng làm thể tích lỗ rỗng của lõi để tính lượng bơm ép (tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (thể tích bơm ép/thể tích lỗ rỗng): PV). Trong lúc xác định rằng không có sự rò rỉ, áp lực nén (áp lực bên) và sau đó áp lực trong các lỗ rỗng của lõi được tăng lên với các số gia 34,0atm, (3445,05kPa) và áp lực nén (áp lực bên) và áp lực trong các lỗ rỗng của lõi được đặt đến 268,1atm (27165,2325kPa) và 200,0atm (20265kPa) (các áp lực thử nghiệm), tương ứng. Máy bơm bơm ép 2 được đặt thành chế độ điều khiển tốc độ dòng không đổi, và nước cát được bơm ở tốc độ dòng thấp, để bằng cách đó xác định hoạt động của van áp lực ngược và trạng thái đầu ra tín hiệu của bộ chuyển đổi áp lực. Van thượng lưu của xy lanh piston nước cát được đóng, và áp lực bên trong của xy lanh piston để nạp chất lưu được kiểm soát ở áp lực không đổi 200atm (20265kPa) bởi các máy bơm bơm ép 1 và 2. Buồng ổn nhiệt không khí được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng với số gia 10°C, và nhiệt độ của buồng ổn nhiệt không khí được giữ ở 100°C (nhiệt độ thử nghiệm). Về thể tích giãn nở chất lưu trong quá trình sự gia tăng nhiệt độ, áp lực bên trong của xy lanh piston để nạp chất lưu được giữ ở 200atm (20265kPa) bởi các máy bơm bơm ép 1 và 2, nước cát trong giá đỡ lõi được xả ra từ van áp lực ngược và được giữ ở 200atm (20265kPa) (20265kPa), và áp lực nén (áp lực bên) được giữ ở 268,1atm (27165,2325kPa) bằng máy bơm áp lực nén.

Sau đó, chất lỏng được điều chế bằng nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối

trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)) được bơm từ xy lanh piston dùng cho các hạt nano và nước muối, và cacbon dioxit được bơm từ xy lanh piston CO₂. Chất lỏng được điều chế từ nước muối và cacbon dioxit đồng thời được bơm ở tỷ lệ 1:1 ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày) vào trong mẫu lõi cát kết (BSS) đã được làm bão hòa bằng nước cất trong giá đỡ lõi. Chất lưu bơm ép được bơm ép vào mẫu lõi ở 100°C, áp lực kiểm soát áp lực ngược bằng 200atm (20265kPa) (20265kPa), và áp lực nén (áp lực bên) bằng 268,1atm (27165,2325kPa). Trong lúc áp lực chênh lệch khi bơm ép (áp lực chênh lệch của dòng chất lưu ở tốc độ dòng 4 fút/ngày (121,92cm/ngày)) được đo, quá trình bơm được tiếp tục cho tới khi hoàn thành việc bơm toàn bộ lượng chất lỏng được điều chế bằng nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)) được nạp vào xy lanh piston và dừng tự động máy bơm bơm ép 2 cùng với việc tăng áp lực của bơm 2 đến 234atm (23710,05kPa) (nghĩa là, giá trị cài đặt giới hạn trên của bơm áp lực). Khi chất lưu chảy ra khỏi van áp lực ngược và áp lực chênh lệch giảm xuống 0atm (áp lực thượng lưu của mẫu lõi cát kết (BSS) - áp lực hạ lưu của nó) sau khi bơm ép xong, lõi được xác định không bị tắc nghẽn, trong khi đó khi áp lực chênh lệch được giữ ở 234atm (23710,05kPa) (nghĩa là, giá trị cài đặt giới hạn trên của bơm áp lực) (áp lực thượng lưu của mẫu lõi cát kết (BSS) - áp lực hạ lưu của nó) sau khi bơm ép xong, lõi được xác định là bị tắc nghẽn. Khi lõi được xác định là không bị tắc nghẽn, và áp lực chênh lệch khi bơm ép tăng khi bơm ép đồng thời chất lỏng được điều chế từ nước muối

từ xy lanh piston dùng cho các hạt nano và nước muối và cacbon dioxit từ xy lanh piston CO₂ ở tỷ lệ 1:1, độ nhớt biểu kiến của chất lưu bơm ép được cho là tăng lên, và bột CO₂ được kỳ vọng là được tạo ra.

Áp lực chênh lệch khi bơm ép của chất lưu chảy qua các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) bằng cách bơm ép chất lưu bơm ép (dung dịch keo trong nước của ví dụ 1, nước muối, và cacbon dioxit) vào trong mẫu lõi được đo. Các kết quả được thể hiện trên Fig.22 và bảng 10.

Thuật ngữ “áp lực chênh lệch khi bơm ép” như được sử dụng ở đây dùng để chỉ mức chênh lệch giữa áp lực sơ cấp (áp lực thượng lưu) và áp lực thứ cấp (áp lực hạ lưu) trong quá trình chảy của chất lưu. Trong thử nghiệm dòng chảy, áp lực chênh lệch khi bơm tương ứng với mức chênh lệch giữa các áp lực được đo trên các phía thượng lưu và ra của mẫu lõi được lồng vào trong giá đỡ lõi trong quá trình chảy của chất lưu (nghĩa là, áp lực chênh lệch khi bơm ép (chảy) = áp lực thượng lưu - áp lực hạ lưu). Khi tốc độ dòng bơm ép không đổi, áp lực chênh lệch khi bơm ép thấp trong lõi có độ thấm cao, và áp lực chênh lệch khi bơm ép cao hơn trong lõi có độ thấm thấp. Trong trường hợp lõi đơn (nghĩa là, độ thấm không đổi), tốc độ dòng bơm ép chất lưu cao dẫn đến áp lực chênh lệch cao, và tốc độ dòng bơm ép thấp dẫn đến áp lực chênh lệch thấp. Trong trường hợp tốc độ dòng không đổi, việc bơm ép chất lưu có độ nhớt cao dẫn đến áp lực chênh lệch cao, và việc bơm ép chất lưu có độ nhớt thấp dẫn đến áp lực chênh lệch thấp.

[0077] Fig.22 thể hiện lượng bơm ép (tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (thể tích bơm ép/thể tích lỗ rỗng): PV) của chất lưu (mẫu được điều chế bằng cách bảo quản (ở 80°C trong bảy ngày) nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 1 (dung dịch keo silic

oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan (GPS)), cacbon dioxit) (tương ứng với trục hoành), và áp lực chênh lệch khi bơm ép (tương ứng với trục tung trái) và lượng (cc) của nước muối (chứa dung dịch keo trong nước) được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) (tương ứng với trục tung phải) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0. Trên Fig.22, ký hiệu “●” tương ứng với áp lực chênh lệch khi bơm ép, và ký hiệu “○” tương ứng với lượng của chất lỏng thu hồi được.

Như được thể hiện trong bảng 10 và Fig.22, sự tăng áp lực chênh lệch khi bơm ép đưa ra giả thuyết là sự hình thành của bọt hoặc nhũ tương ở bên trong của lõi đá. Vì áp lực thượng lưu được giảm đến áp lực hạ lưu ngay sau khi dừng bơm, và áp lực chênh lệch đạt 0atm, lõi được xác định không bị “tắc nghẽn”. Fig.23 là hình ảnh thể hiện sự hình thành bọt trong chất lưu thu hồi được.

Dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimetoxysilan (PTMS)) cũng được thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lõi bằng cách sử dụng cát kết (BSS). Các kết quả được thể hiện trên Fig.24 và bảng 11.

Fig.24 thể hiện thời gian bơm ép (giờ) của chất lưu (mẫu được điều chế bằng cách bảo quản (ở 80°C trong bảy ngày) nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ 2 (dung dịch keo silic oxit chứa các hạt silic oxit trải qua quá trình xử lý bề mặt bằng 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) và phenyltrimetoxysilan (PTMS)), cacbon dioxit) (tương ứng với trục hoành), và áp lực chênh lệch khi bơm (tương ứng

với trục tung) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi cát kết (BSS) được lấy là 1,0.

Như được thể hiện trong bảng 11 và Fig.24, sự tăng dần dần của áp lực chênh lệch khi bơm ép được đặt vào lõi cát kết được xác định sau khi bắt đầu bơm ép chất lưu. 5,42 giờ sau khi bắt đầu bơm ép chất lưu, hoạt động thử nghiệm được kết thúc; nghĩa là, quá trình bơm ép được kết thúc bằng cách dừng máy bơm. Sau đó, sự giảm dần dần áp lực chênh lệch đặt vào lõi cát kết được xác định. Sự giảm dần dần áp lực được xác định ngay sau khi dừng máy bơm trước khi áp lực chênh lệch đạt 0atm. “Sự tắc nghẽn nhẹ” như vậy không gây ra vấn đề gì trong thực tế.

[0078]

Bảng 10

Mẫu lõi cát kết (BSS)/

Thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lõi đá (ví dụ 1)

Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (PV)	Áp lực chênh lệch khi bơm (atm)	Lượng của chất lỏng thu hồi được (cc)
0,00	0,0	0,00
0,65	2,7	16,20
1,30	5,7	45,70
2,59	7,8	88,95
3,89	9,3	142,00
5,18	11,4	183,75
6,48	14,4	224,00
7,77	18,7	264,00
9,07	27,6	304,25
10,36	35,8	343,00
10,36	0,0	-

Bảng 11

Mẫu lõi cát kết (BSS)/

Thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lõi cát kết (ví dụ 2)/

Máy bơm bơm ép xy lanh piston nước muối chứa các hạt nano silic oxit/

Sự chuyển đổi áp lực

Thời gian bơm chất lưu (giờ)	Áp lực chênh lệch khi bơm (atm)	Thời gian bơm chất lưu (giờ)	Áp lực chênh lệch khi bơm (atm)
0,00	0,3	4,52	3,8
0,12	0,4	5,12	4,1
0,32	0,4	5,32	4,4
0,52	0,3	5,42	3,1
1,12	0,6	5,52	1,9
1,32	0,6	6,02	1,2
1,52	1,1	6,12	1,0
2,12	1,1	6,22	1,1
2,32	1,3	6,32	0,0
2,52	1,8	6,42	0,0
3,05	1,9	6,52	0,0
3,12	2,0	7,02	0,0
3,32	1,8	7,12	0,0
3,52	2,5	7,22	0,0
4,12	3,1	7,32	0,0
4,32	3,1	7,42	0,0

[0079] Ví dụ thử nghiệm 4: Thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng trong lõi đá bởi dung dịch keo trong nước (ví dụ so sánh 1) bằng cách sử dụng cát kết (BSS)

Dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 được sử dụng để điều chế mẫu có nồng độ muối trung bình (175000ppm), nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, và độ pH=7,2 theo cùng một cách như được mô tả trong phần Thử nghiệm tính ổn định trong nước muối. Mẫu được bảo quản ở 80°C trong bảy ngày, và sau đó mẫu được thử nghiệm để xác định liệu có hay không việc nó làm tắc nghẽn các lỗ rỗng của lõi đá.

Fig.20(b) thể hiện mẫu (bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1) được sử dụng trong có mặt thử nghiệm này. Xác nhận trực quan rằng các hạt silic oxit của dung dịch keo trong nước kết tụ và kết tủa.

Dung dịch keo trong nước được điều chế nhờ quy trình của ví dụ so sánh 1 như đã mô tả ở trên được bổ sung vào nước muối (nồng độ muối trung bình (175000ppm, pH=7,2)) để đạt được nồng độ silic oxit bằng 1,0% khối lượng, và hỗn hợp được bảo quản ở 80°C trong bảy ngày, để điều chế mẫu. Bằng cùng một quy trình như được mô tả trong ví dụ thử nghiệm 3, thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lỗ rỗng trong lõi đá (giả định vỉa chứa dầu dầu dưới đất) được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị thử nghiệm tắc nghẽn lỗ rỗng của lõi (bố trí đường ống và thiết bị) được thể hiện trên Fig.21 và bằng cách sử dụng mẫu lõi đá (cát kết, BSS-5) đã được làm bão hòa bằng mẫu và nước cất.

[0080] Fig.25 thể hiện lượng bơm ép (tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (thể tích bơm ép/thể tích lỗ rỗng): PV) của chất lưu (mẫu được điều chế bằng cách bảo quản (ở 80°C trong bảy ngày) của nước muối (nồng độ silic oxit: 1,0% khối lượng, nồng độ muối: 175000ppm (nước muối có nồng độ muối trung bình)) chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1, cacbon dioxit) (tương ứng với trục hoành), và áp lực chênh lệch khi bơm (tương ứng với trục tung trái) và lượng (cc) của nước muối (vì sự tăng áp lực chênh lệch

khi bơm ép không được đo và áp lực chênh lệch thay đổi nằm trong khoảng từ khoảng từ 2 đến 3atm (202,65 đến 303,975kPa), giả định rằng các hạt silic oxit của dung dịch keo trong nước kết tụ và kết tủa trong xy lanh piston dùng cho các hạt nano và nước muối, và chỉ nước muối được bơm) được thu hồi từ các lỗ rỗng của mẫu lõi cát kết (BSS) (tương ứng với trục tung phải) khi tổng thể tích lỗ rỗng trong đá của mẫu lõi được lấy là 1,0. Trên Fig.25, ký hiệu “●” tương ứng với áp lực chênh lệch khi bơm ép, và ký hiệu “○” tương ứng với lượng của chất lỏng thu hồi được.

[0081]

Bảng 12

Mẫu lõi cát kết (BSS)/

Thử nghiệm xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lõi đá (1) (ví dụ so sánh 1)

Tỷ lệ thể tích của chất lưu được bơm ép vào các lỗ rỗng (PV)	Áp lực chênh lệch khi bơm (atm)	Lượng của chất lỏng thu hồi được (cc)
0,00	0,0	0,00
0,67	2,8	32,50
2,00	1,8	76,50
3,33	1,9	116,75
4,67	1,5	156,75
6,00	1,6	196,75
7,33	1,3	237,25
8,66	1,6	277,25
10,00	1,4	317,25
11,33	1,2	357,25
12,00	0,9	391,00
12,66	0,7	429,00
13,33	0,6	458,50

[0082] Như được thể hiện trong bảng 12 và Fig.25, sự tăng áp lực chênh lệch khi bơm, cho biết sự hình thành bọt hoặc nhũ tương ở bên trong của lõi đá, không đo được.

Lý do cho điều này có lẽ là do thực tế là nước muối chứa dung dịch keo trong nước (ví dụ so sánh 1) đã gây ra sự tách và kết tủa của thành phần silic oxit của dung dịch keo trong nước ở bên trong của xy lanh piston đã được nạp, và thành phần silic oxit của nước muối chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 bị gel hóa, do đó thành phần silic oxit của nước muối chứa dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1 không được bơm ép vào mẫu lõi đá. Thuật ngữ “bị gel hóa” đã nêu ở trên là sự hình thành gel chứa silic oxit.

Sau đó, việc bơm ép được tiếp tục thêm nữa, và kết quả là, áp lực tăng đột ngột được đo như được thể hiện trong bảng 13 (Fig.26). Fig.26 thể hiện áp lực bơm ép chất lưu (trục tung) so với thời gian bơm ép (trục hoành). Các kết quả được thể hiện trong bảng 13 và Fig.26 đưa ra giả thuyết rằng thành phần silic oxit của dung dịch keo trong nước bị gel hóa (ví dụ so sánh 1) bắt đầu được bơm, dưới dạng chất lưu bơm ép, vào trong các lỗ rỗng của mẫu lõi đá ở thời điểm khi tăng áp lực đột ngột (sau khi trải qua 4,06 giờ) được xác định, nhưng “sự tắc nghẽn” của các lỗ rỗng xảy ra ngay sau khi bắt đầu bơm ép silic oxit bị gel hóa.

[0083]

Bảng 13

Mẫu lõi cát kết (BSS) (ví dụ so sánh 1)/

Thử nghiệm để xác định sự có mặt của sự tắc nghẽn lõi đá (2)/

Máy bơm bơm ép xy lanh piston dùng cho nước muối chứa các hạt nano silic
oxit/

Sự chuyển đổi áp lực

Thời gian bơm ép (giờ)	Máy bơm bơm ép, Sự chuyển đổi áp lực (atm)
0,00	201,6
0,33	204,7
0,67	203,9
1,01	203,5
1,35	203,6
1,69	203,7
2,03	203,6
2,37	203,5
2,71	203,6
3,05	203,2
3,38	203,1
3,72	203,0
4,06	240,5
4,15	240,5
4,24	240,7
4,32	240,6
4,41	240,8
4,49	240,8
4,57	240,9
4,66	240,7
4,74	240,8

[0084] Fig.27 là hình ảnh thể hiện thành phần silic oxit gelatin hóa của dung dịch keo trong nước (ví dụ so sánh 1) trong xy lanh dùng để bơm chất lưu, mà được quan sát trực quan trong quá trình tháo dỡ thiết bị thử nghiệm tắc nghẽn (nhiệt độ trong phòng) sau khi hoàn thành thử nghiệm được thực hiện bằng cách sử dụng dung dịch keo trong nước của ví dụ so sánh 1. Như được thể hiện trên Fig.27, thành phần silic oxit của dung dịch keo trong nước (ví dụ so sánh 1) có thể được xác định là bị gel hóa, điều này cho thấy rằng dung dịch keo trong nước không được bơm ép vào lõi đá.

Trong trường hợp gel hóa như vậy, dung dịch keo trong nước không thể được bơm ép vào bên trong của đá, và sự gel hóa này có thể làm mất hoàn toàn độ thấm của bản thân đá. Tuy nhiên, như được thể hiện trong đặc tính áp lực chênh lệch của dung dịch keo trong nước loại APTES của ví dụ 2 (Fig.24, bảng 11), khi sự tắc nghẽn đủ nhẹ để không gây ra sự mất hoàn toàn độ thấm, vẫn hy vọng rằng đường chảy của chất lưu được bơm ép (CO_2 hoặc bột CO_2) có thể được thay đổi trong đá để bằng cách đó cải thiện hiệu quả thể chỗ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp thu hồi dầu thô để thu hồi dầu thô từ vỉa chứa hydrocacbon dưới đất, trong đó phương pháp này bao gồm:

bước (a): bước bơm ép luân phiên hoặc đồng thời dung dịch keo trong nước, nước và cacbon dioxit vào trong vỉa chứa dầu dưới đất;

trong đó dung dịch keo trong nước bao gồm các hạt silic oxit có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 100nm như được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động học và có các bề mặt ít nhất một phần được bao bằng hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân, trong đó nhóm có thể thủy phân được chọn từ nhóm bao gồm nhóm alkoxy, nhóm axyloxy và nhóm halogen, các hạt silic oxit đóng vai trò là thể phân tán và được phân tán trong dung môi trong nước có độ pH nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 1,0 đến nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 đóng vai trò là môi trường phân tán; và

bước (b): bước thu hồi dầu được chiết bằng giếng sản xuất dầu được khoan vào vỉa chứa dầu dưới đất, sau bước bơm ép.

2. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó bước (a) là bước bơm ép dung dịch keo trong nước, nước và cacbon dioxit luân phiên vào vỉa chứa dầu dưới đất.

3. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó quá trình bơm ép ở bước (a) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 120°C và áp suất nằm trong khoảng từ 70 đến 400atm (7092,75 đến 40530kPa).

4. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó vỉa chứa dầu dưới đất chứa cát kết.

5. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó vỉa chứa dầu dưới đất chứa đá cacbonat.

6. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân được chọn từ nhóm bao gồm 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan, 3-glyxidoxypropyltriethoxysilan, 3-glyxidoxypropylmetyldimetoxysilan, 3-glyxidoxypropylmetyldietoxysilan, 3-(3,4-epoxyxyclohexyl)propyltrimetoxysilan, 3-(3,4-epoxyxyclohexyl)propyltriethoxysilan, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltriethoxysilan, 1-(3,4-epoxyxyclohexyl)metyltrimetoxysilan, 1-(3,4-epoxyxyclohexyl)metyltriethoxysilan, [(3-etyl-3-oxetanyl)methoxy]propyltrimetoxysilan và [(3-etyl-3-oxetanyl)methoxy]propyltriethoxysilan, N-2-(aminoetyl)-3-aminopropylmetyldimetoxysilan, N-2-(aminoetyl)-3-aminopropyltrimetoxysilan, 3-aminopropyltriclosilan, 3-aminopropyltrimetoxysilan, 3-aminopropyltriethoxysilan, 3-aminopropylmetyldimetoxysilan, 3-aminopropylmetyldietoxysilan, 3-triethoxysilyl-N-(1,3-dimetyl-butyliden)propylamin, N-phenyl-3-aminopropyltrimetoxysilan, và N-phenyl-3-aminopropyltriethoxysilan.
7. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân là hợp chất silan có nhóm epoxy hoặc nhóm hữu cơ được sản xuất bằng cách thủy phân nhóm epoxy, ngoài nhóm có thể thủy phân.
8. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 7, trong đó nhóm epoxy là nhóm glyxidyl, nhóm xyclohexylepoxy, hoặc sự kết hợp của các nhóm này.
9. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân là hợp chất silan có nhóm amino, ngoài nhóm có thể thủy

phân.

10. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 1, trong đó hợp chất silan có nhóm có thể thủy phân còn chứa hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân.

11. Phương pháp thu hồi dầu thô theo điểm 10, trong đó hợp chất silan thứ hai có nhóm có thể thủy phân là hợp chất silan có nhóm hữu cơ chứa nhóm C_{1-40} alkyl, nhóm C_{6-40} vòng thơm, hoặc sự kết hợp của các nhóm này.

FIG 1

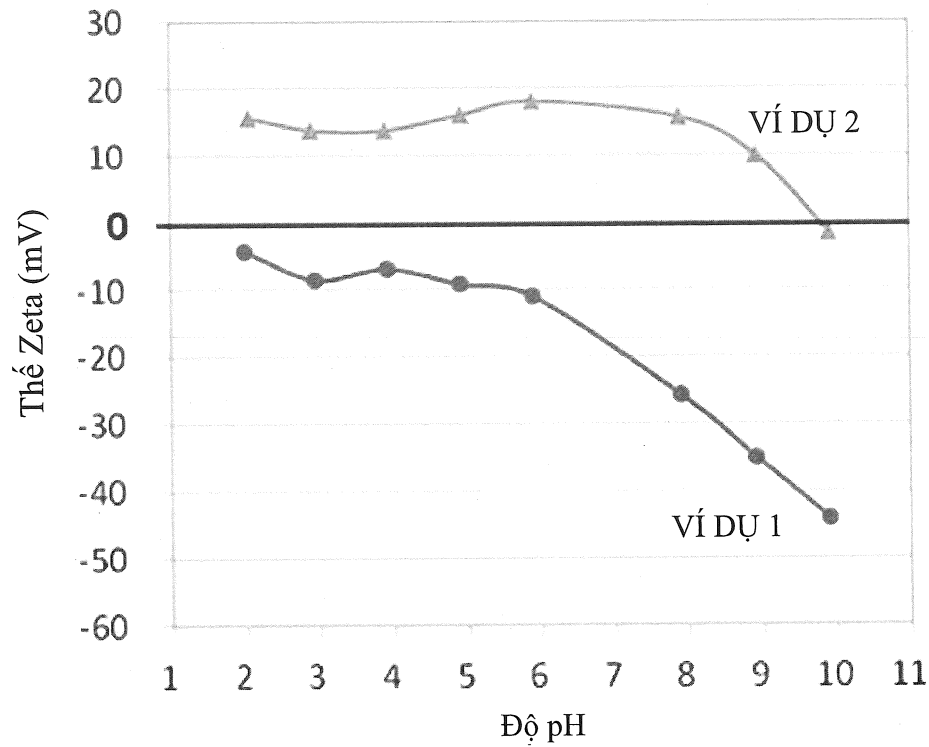


FIG 2

THỬ NGHIỆM TÍNH ỔN ĐỊNH CHỐNG LẠI NƯỚC MUỐI Ở NỒNG ĐỘ MUỐI THẤP (35000ppm)

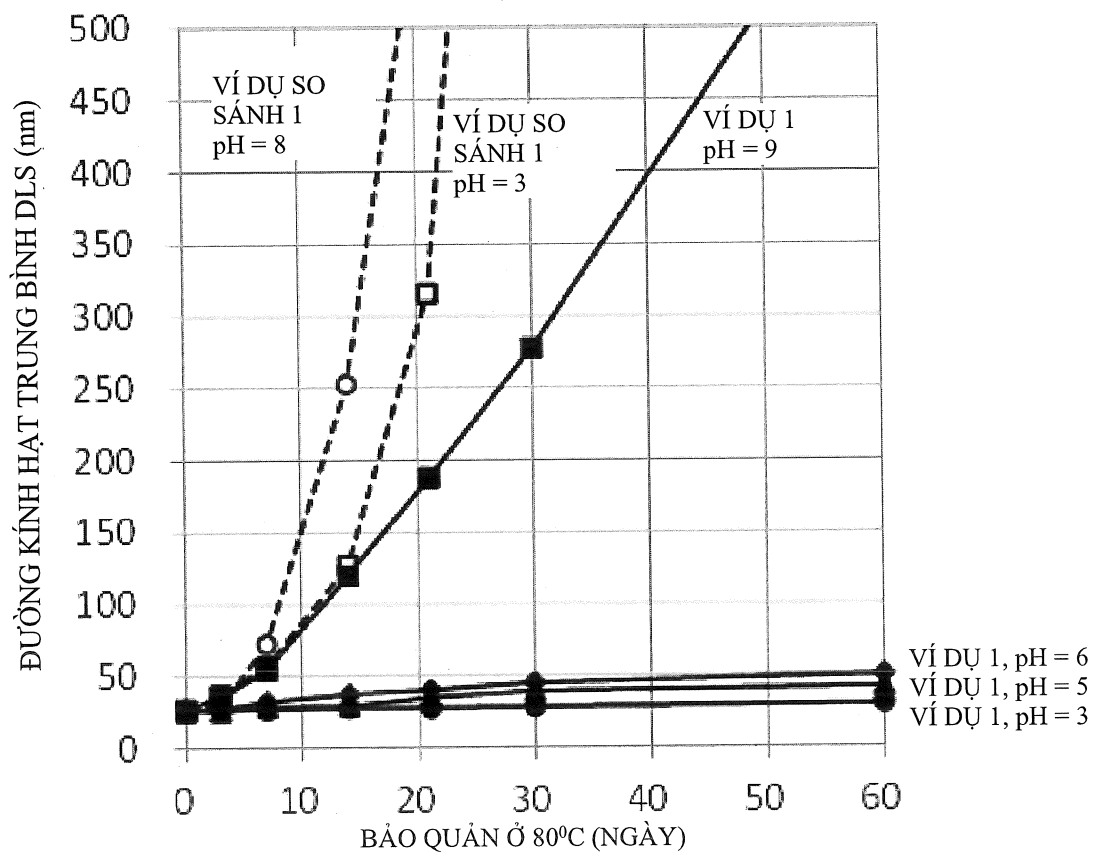


FIG 3

THỬ NGHIỆM TÍNH ỔN ĐỊNH CHỐNG LẠI NƯỚC MUỐI Ở
NỒNG ĐỘ MUỐI TRUNG BÌNH (17500ppm)

VÍ DỤ SO SÁNH 1, pH = 8

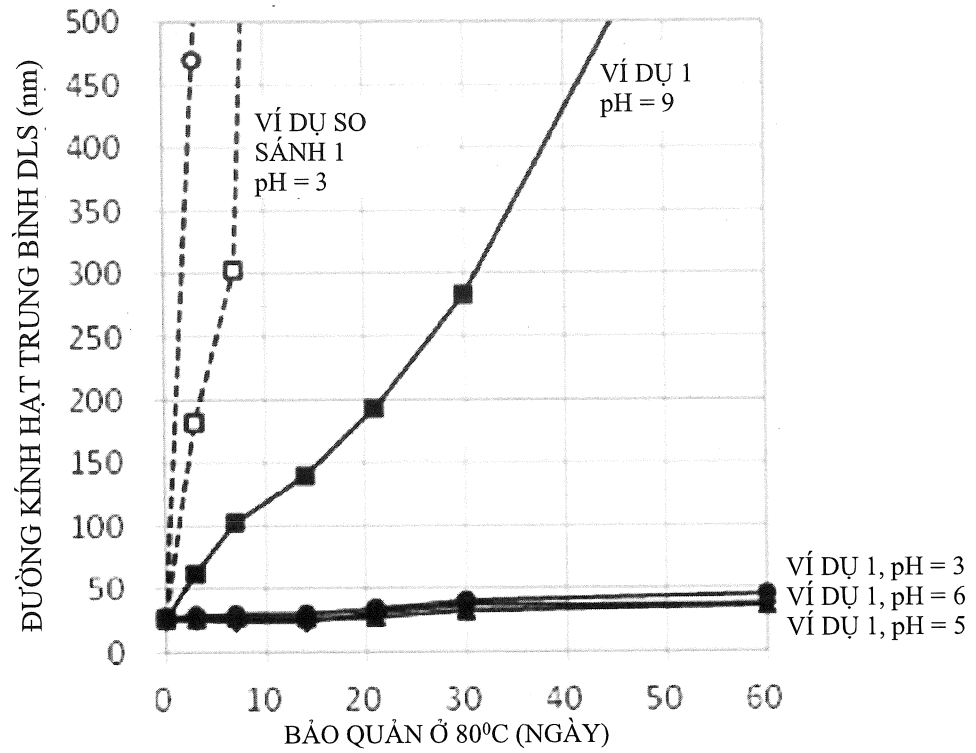


FIG 4

THỬ NGHIỆM TÍNH ỔN ĐỊNH CHỐNG LẠI NƯỚC MUỐI Ở
NỒNG ĐỘ MUỐI CAO (229000ppm)

VÍ DỤ SO SÁNH 1, pH = 8

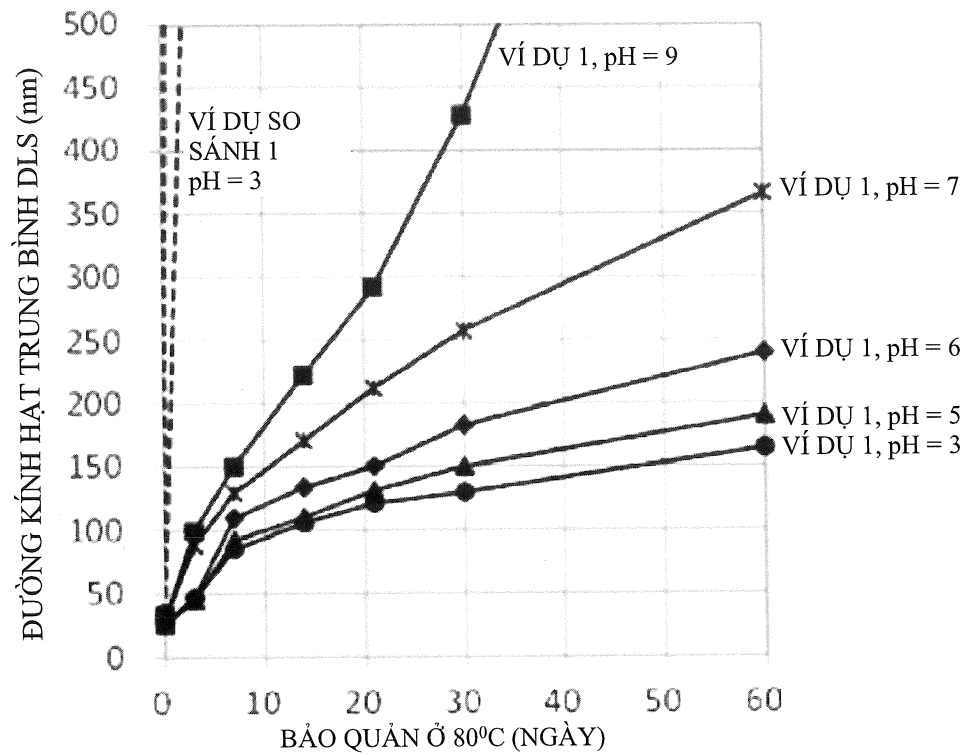


FIG 5

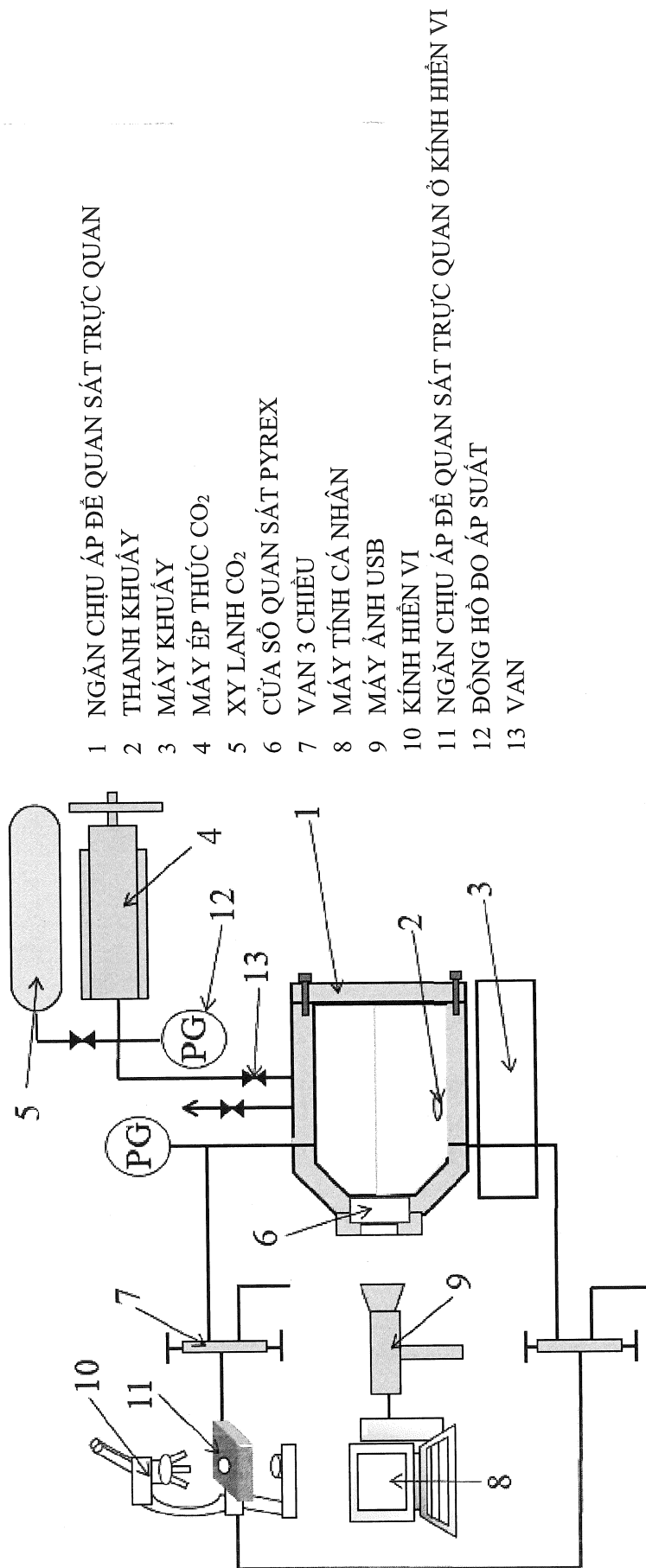


FIG 6

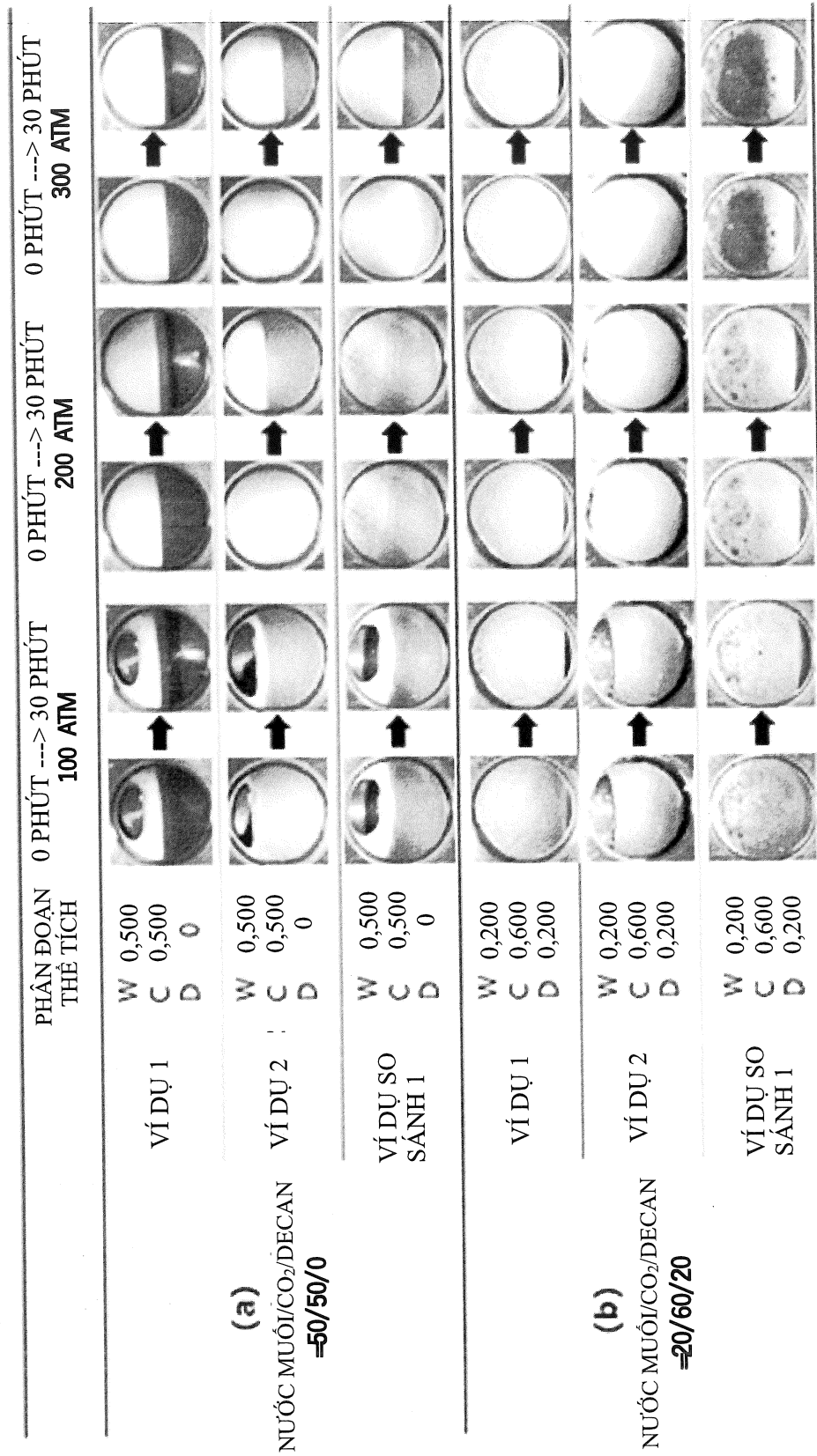


FIG 7

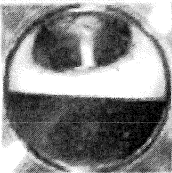
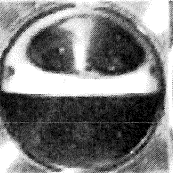
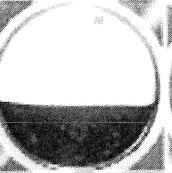
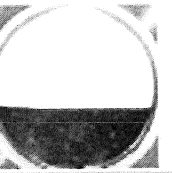
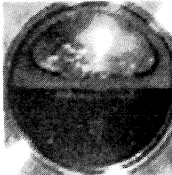
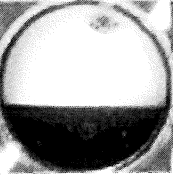
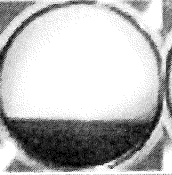
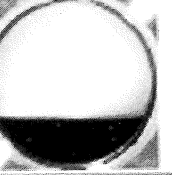
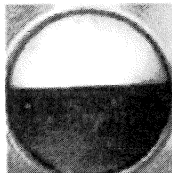
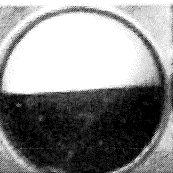
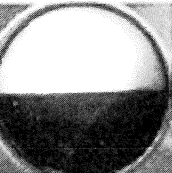
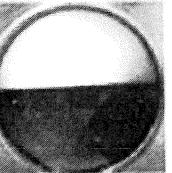
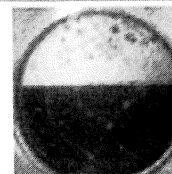
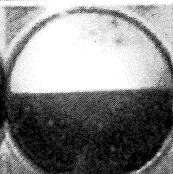
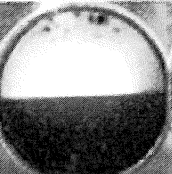
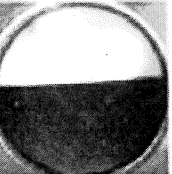
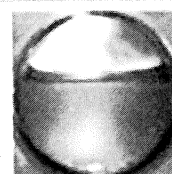
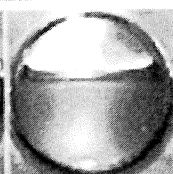
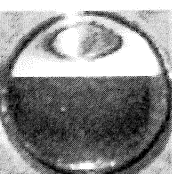
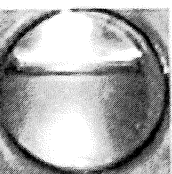
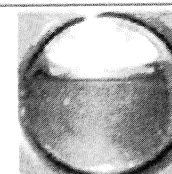
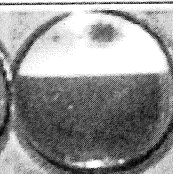
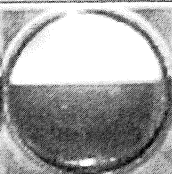
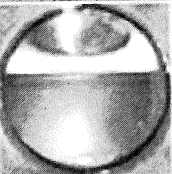
		TỐC ĐỘ KHUẤY TRỘN (rpm)			ĐỀ YÊN TRONG 30 PHÚT SAU KHI KHUẤY Ở 1500rpm	1
ÁP SUẤT (ATM)		1000	1250	1500		
VÍ DỤ 3	185					
	300					
VÍ DỤ 4	185					
	300					
VÍ DỤ SO SÁNH 1	185					
	300					

FIG 8

THỬ NGHIỆM TÍNH ỔN ĐỊNH LÂU DÀI
SAU KHI TẠO BỘT

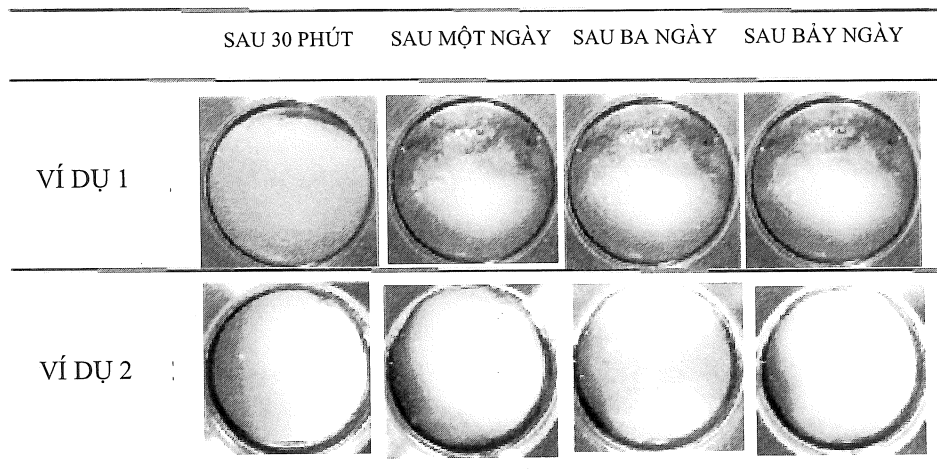
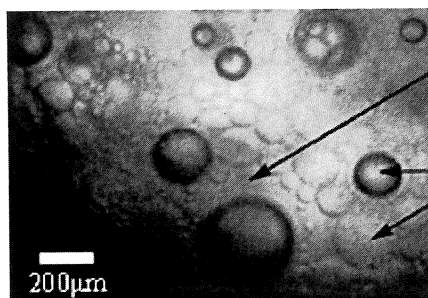


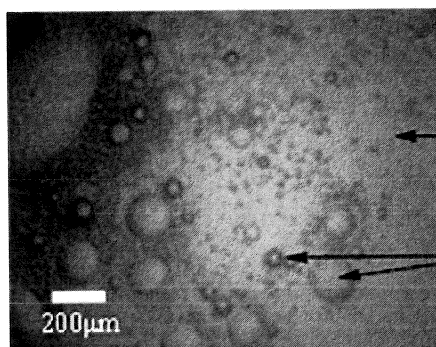
FIG 9



PHA LIÊN TỤC: DECAN

PHA PHÂN TÁN: HÌNH THÀNH NHỮ TƯƠNG CÙNG VỚI CÁC GIỌT NHỎ KHÔNG MÀU (CO_2) VÀ CÁC GIỌT NHỎ SẮM MÀU (CÁC HẠT SILIC OXIT CHỨA NƯỚC)

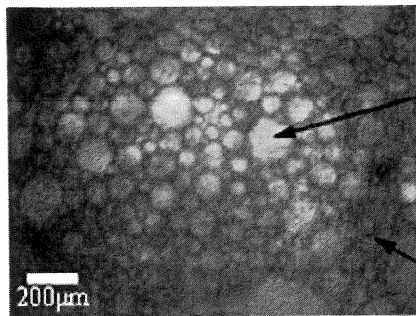
FIG 10



PHA LIÊN TỤC: NƯỚC (CHỨA CÁC HẠT SILIC OXIT)

PHA PHÂN TÁN: HÌNH THÀNH NHỮ TƯƠNG CÙNG VỚI CÁC GIỌT NHỎ (CO_2) VÀ CÁC GIỌT NHỎ (DECAN)

FIG 11

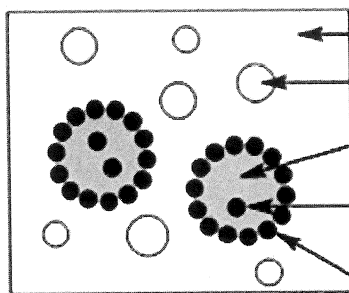


PHA PHÂN TÁN: HÌNH THÀNH BỌT NHỜ PHA ĐỒNG NHẤT CHỨA DECAN VÀ CO₂; CÓ MẶT CÁC HẠT SILIC OXIT TRÊN BỀ MẶT CỦA BỌT

PHA LIÊN TỤC: NƯỚC (CHỨA CÁC HẠT SILIC OXIT)

FIG 12

SỰ HÌNH THÀNH NHỮ TƯƠNG



PHA LIÊN TỤC: DECAN

PHA PHÂN TÁN (KHÔNG MÀU): CO₂

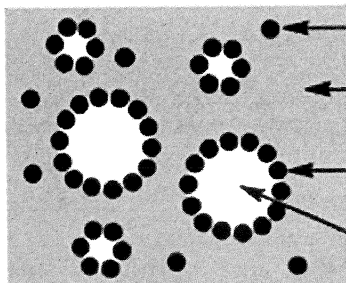
PHA PHÂN TÁN (SẮM MÀU): NƯỚC (CHỨA CÁC HẠT SILIC OXIT)

CÁC HẠT SILIC OXIT TRONG NƯỚC

CÁC HẠT SILIC OXIT TRÊN BỀ MẶT GIỌT NHỎ

FIG 13

SỰ HÌNH THÀNH NHỮ TƯƠNG



CÁC HẠT SILIC OXIT TRONG NƯỚC

PHA LIÊN TỤC: NƯỚC (CHỨA CÁC HẠT SILIC OXIT)

CÁC HẠT SILIC OXIT TRÊN BỀ MẶT GIỌT NHỎ

PHA PHÂN TÁN (KHÔNG MÀU): CO₂ HOẶC DECAN

FIG 14

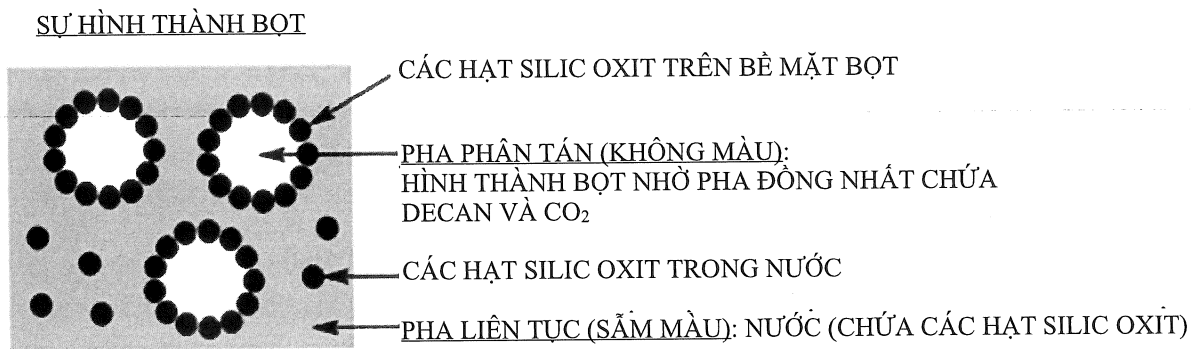


FIG 15

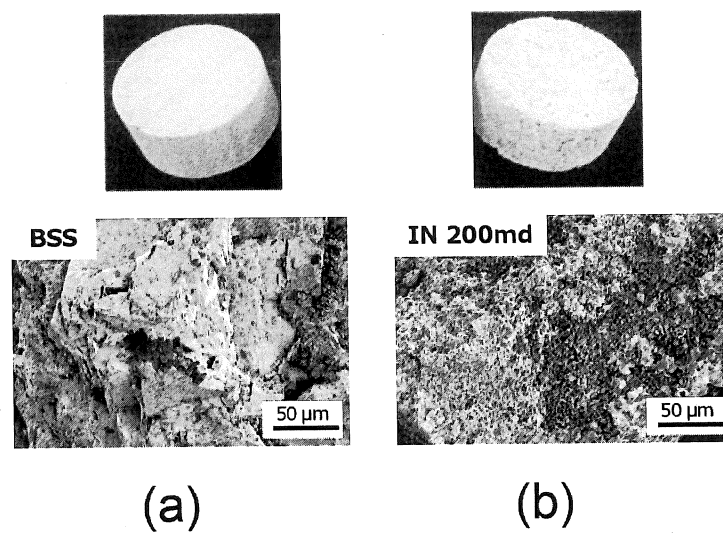


FIG 16

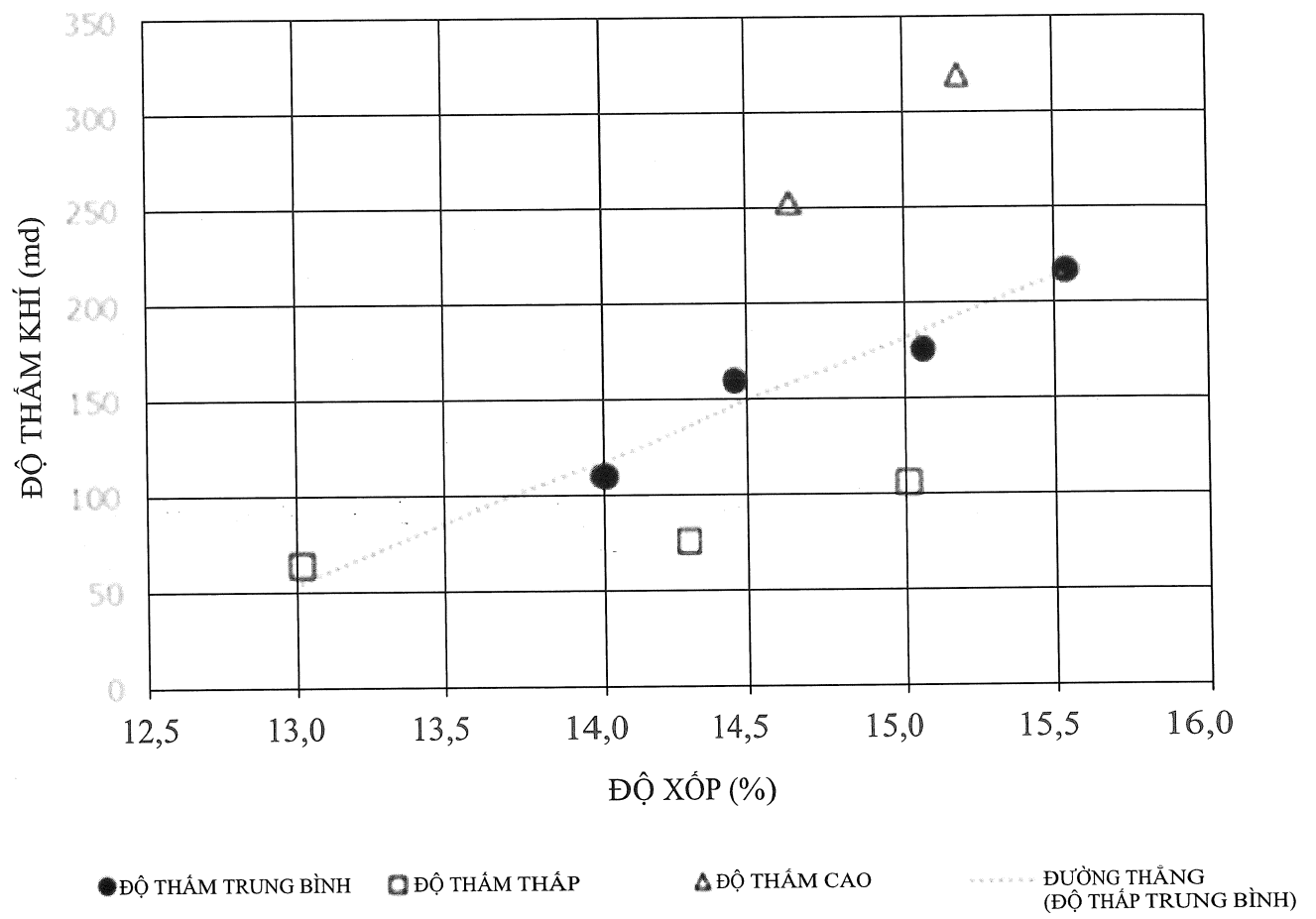


FIG 17

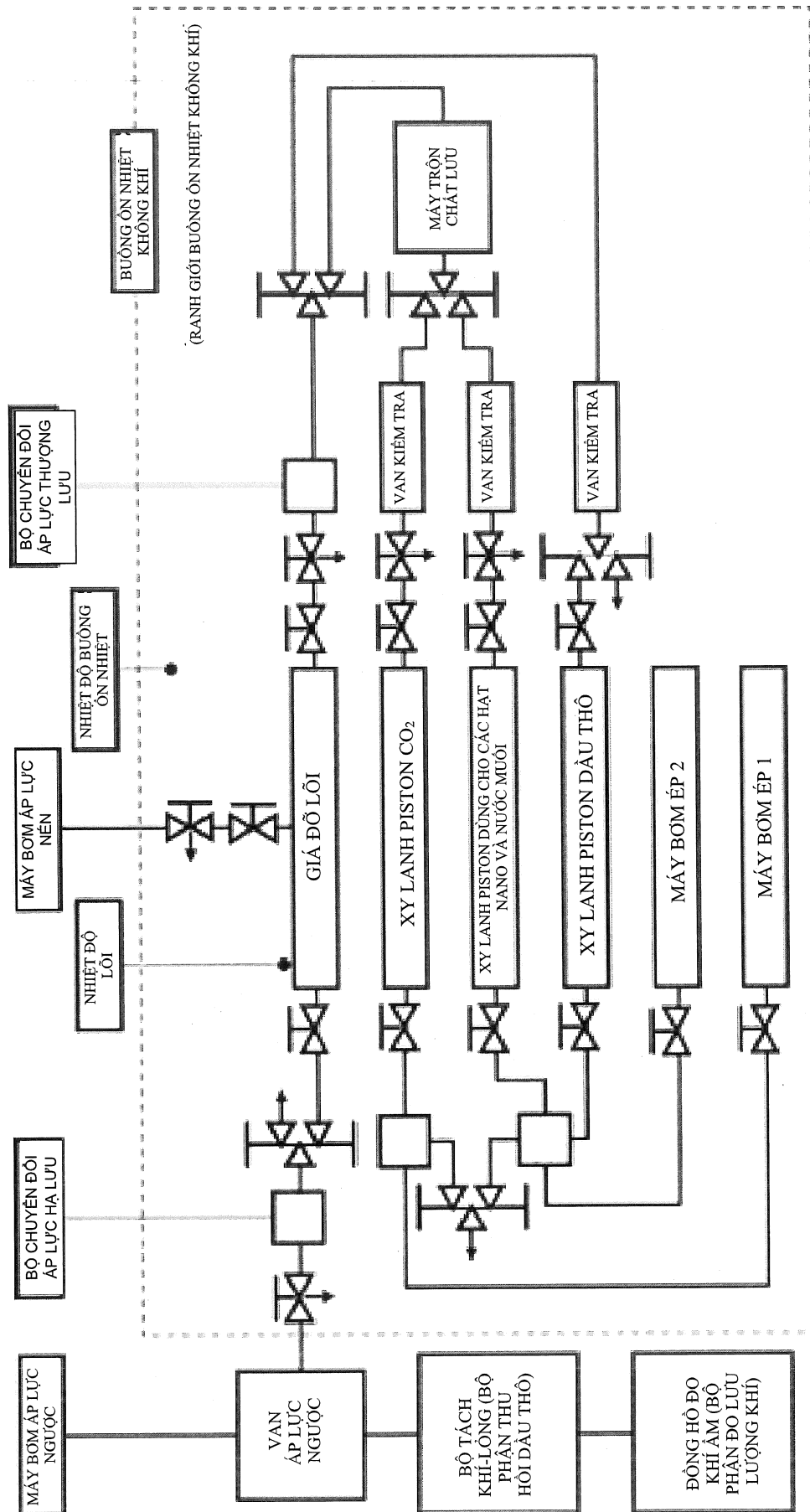


FIG 18

CÁC KẾT QUẢ THAY THỂ DẦU THÔ BẰNG BỘT CO_2 LOẠI GPS,
 CO_2 , VÀ BỘT CO_2 LOẠI APTES, KHI SỬ DỤNG CÁT KẾT

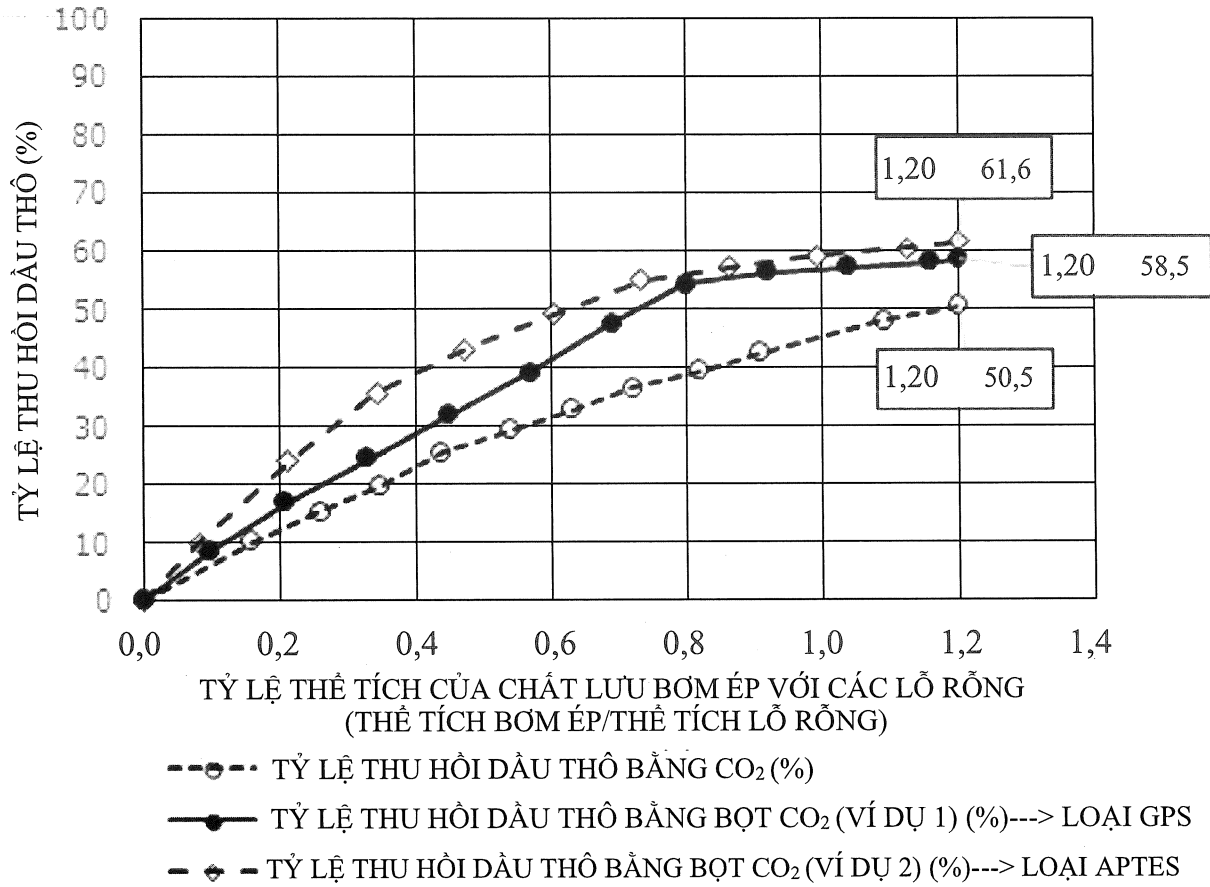


FIG 19

CÁC KẾT QUẢ THAY THẾ DẦU THÔ BẰNG CO₂ VÀ BỘT CO₂ KHI SỬ DỤNG ĐÁ CACBONAT

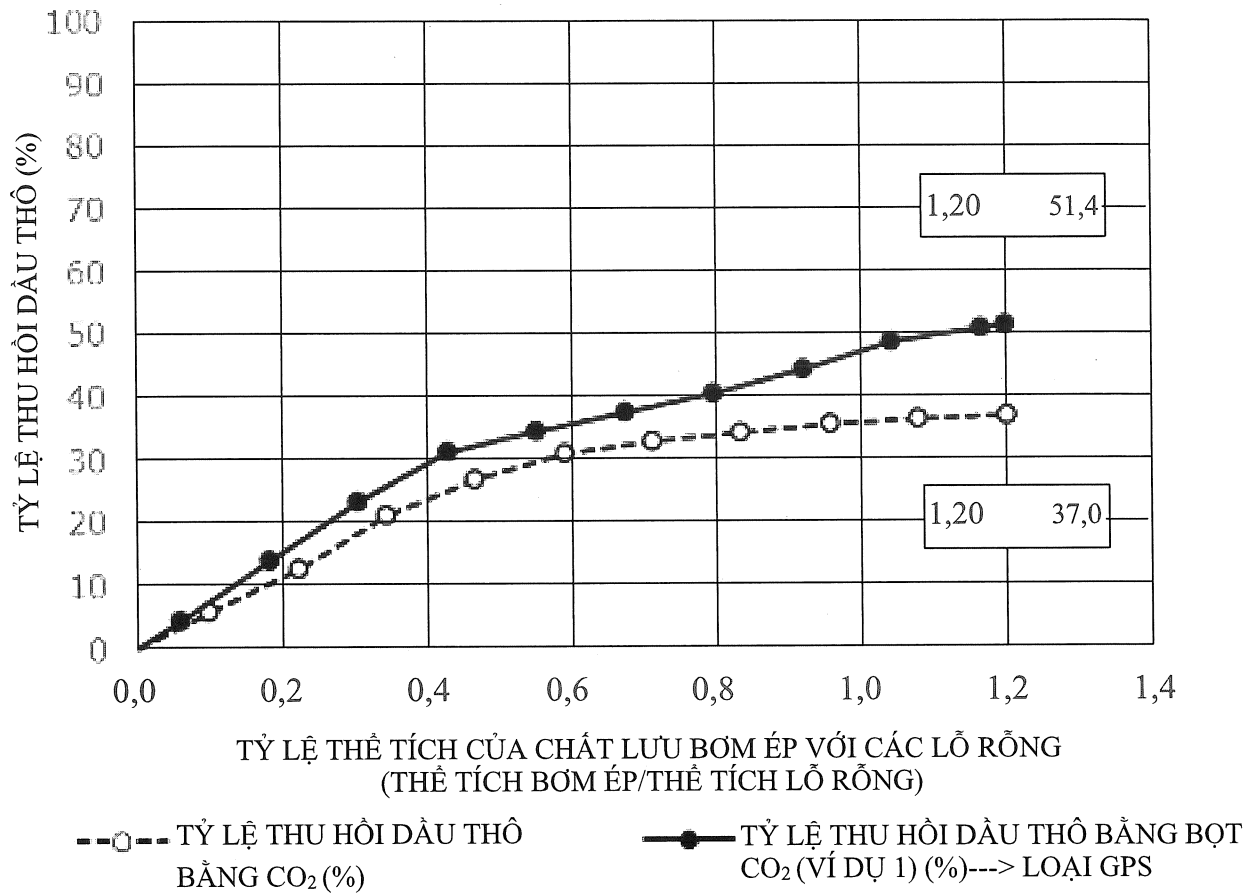
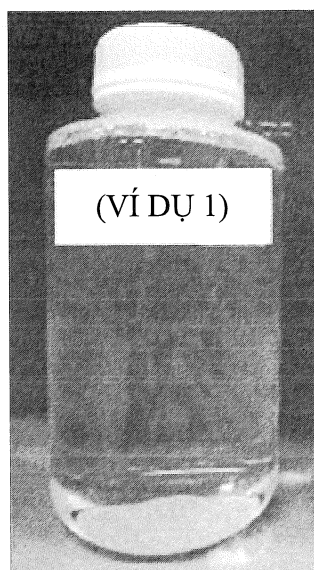
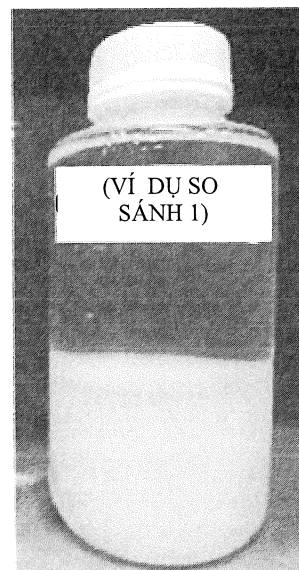


FIG 20



(a)



(b)

FIG 21

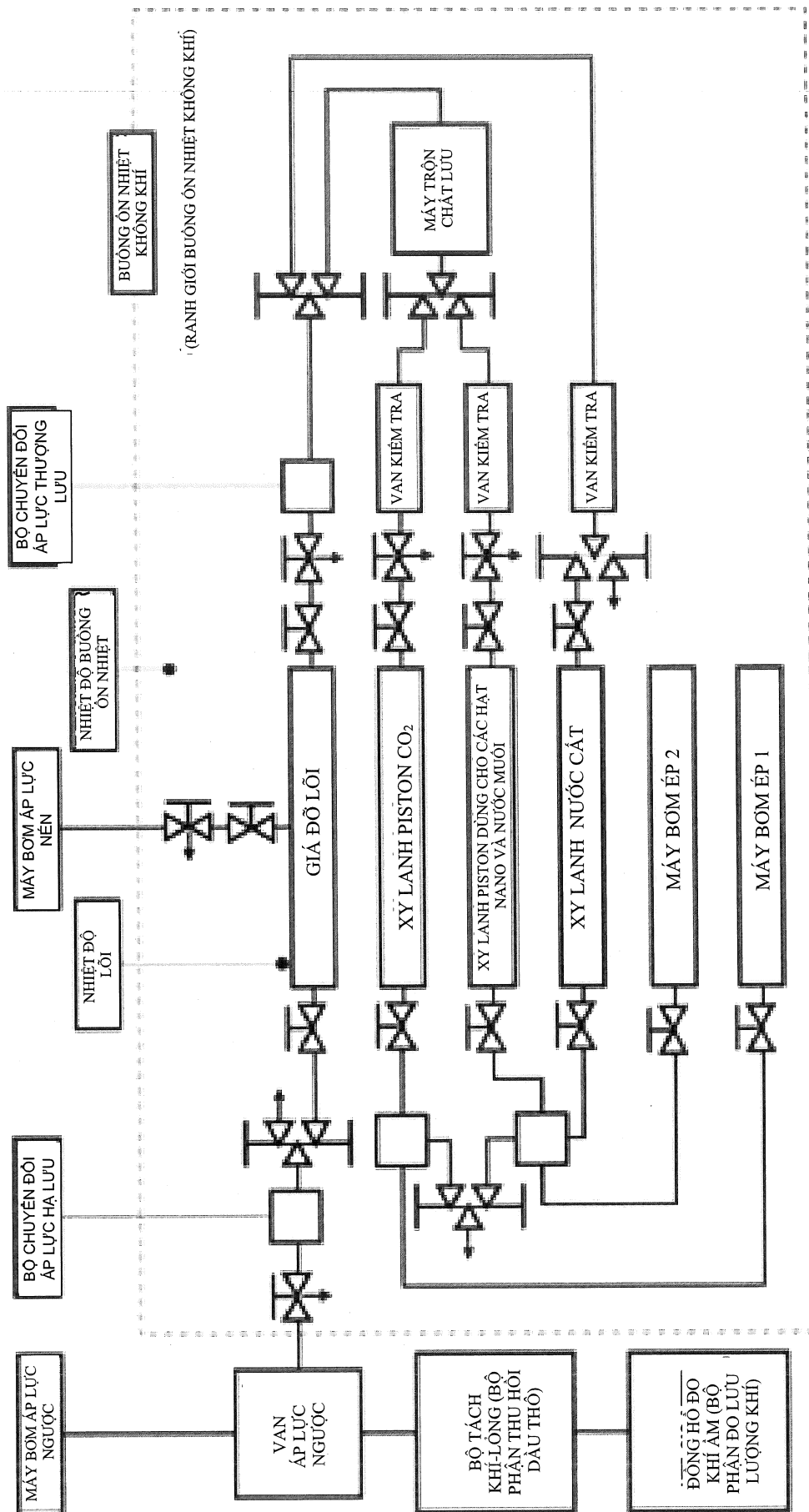


FIG 22

THỬ NGHIỆM ĐỂ XÁC ĐỊNH SỰ CÓ MẶT CỦA SỰ TẮC
NGHÈN LỖI ĐÁ BẰNG DUNG DỊCH KEO TRONG NƯỚC
(VÍ DỤ 1)

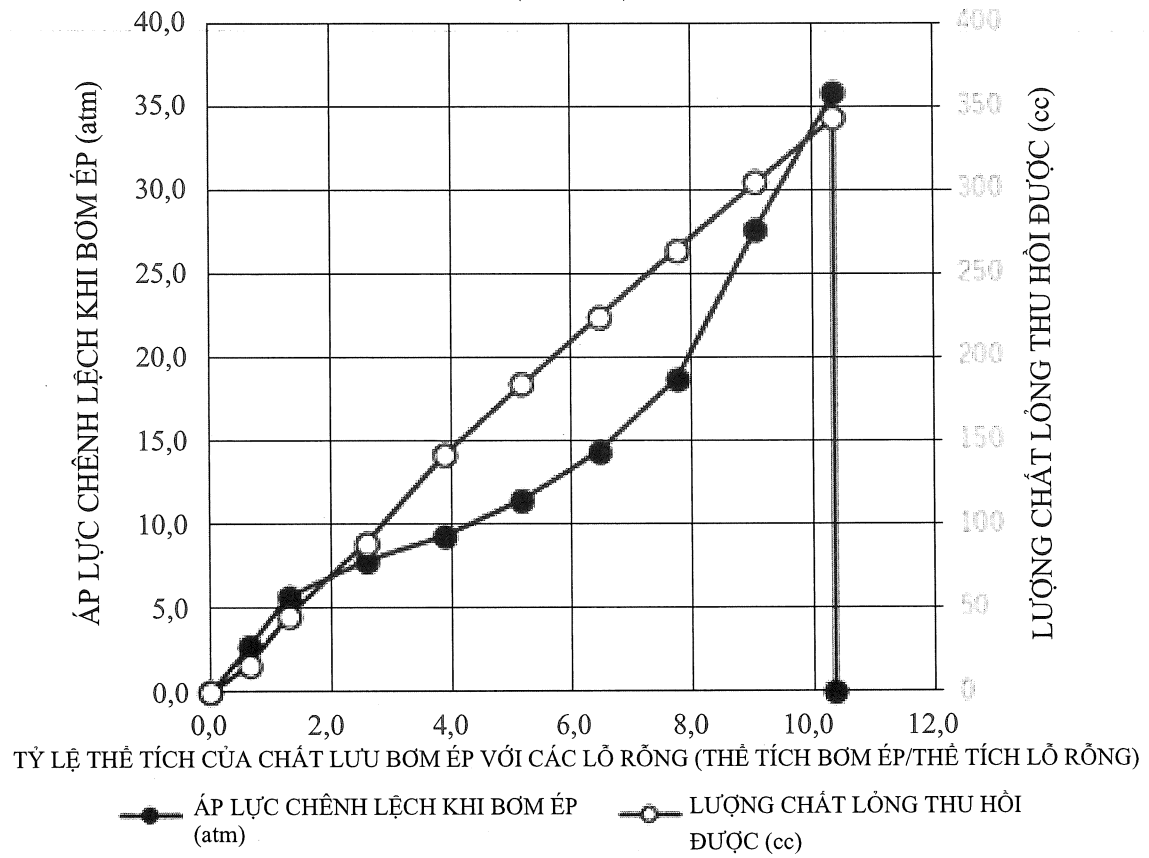
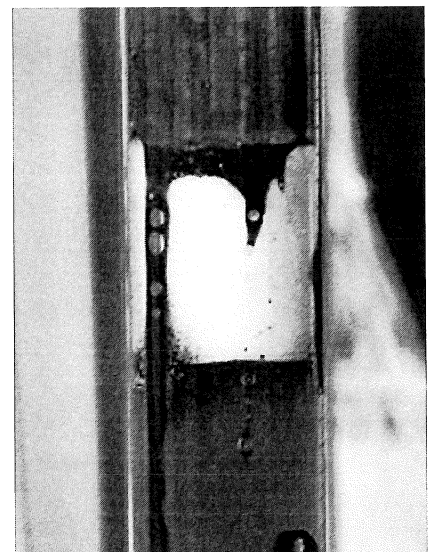
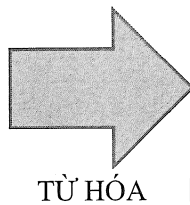
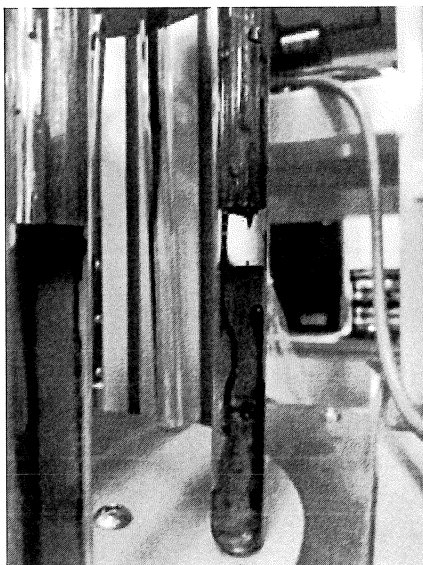
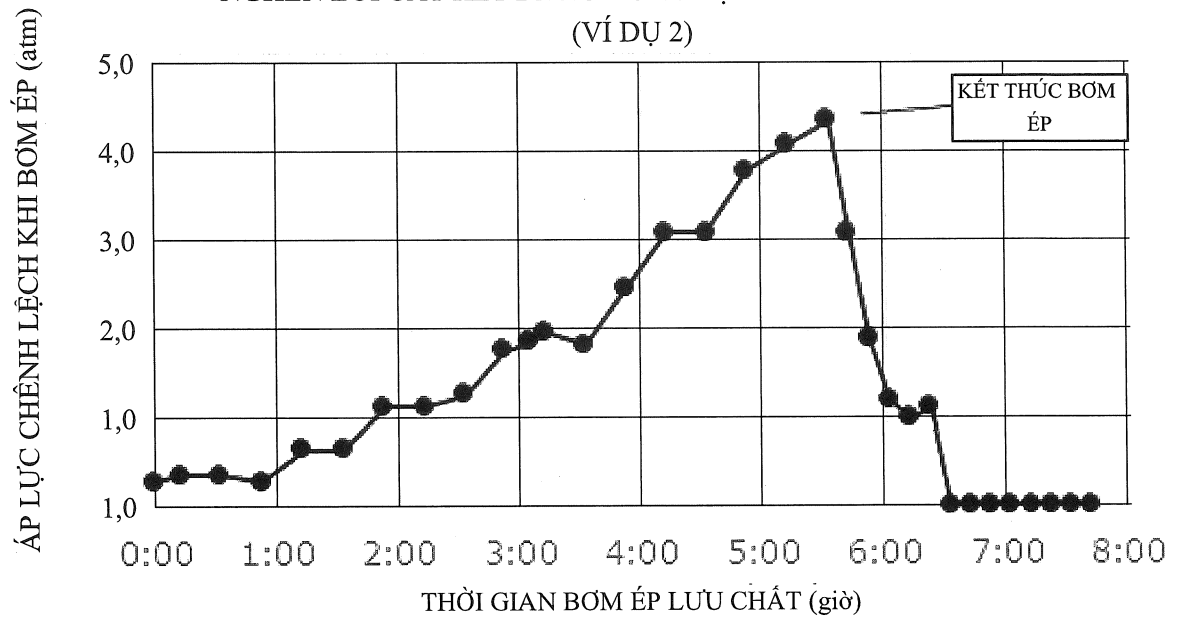


FIG 23



FI G 24

THỬ NGHIỆM ĐỂ XÁC ĐỊNH SỰ CÓ MẶT CỦA SỰ TẮC
NGHÈN LỖI CÁT KẾT BẰNG DUNG DỊCH KEO TRONG NƯỚC
(VÍ DỤ 2)



—●— ÁP LỰC CHÊNH LỆCH KHI BƠM ÉP BỘT CO₂ (VÍ DỤ 2) (atm) → LOẠI APTES

FI G 25

THỬ NGHIỆM (1) ĐỂ XÁC ĐỊNH SỰ CÓ MẶT CỦA SỰ TẮC NGHẽn
LỖ ĐÁ BẰNG DUNG DỊCH KEO TRONG NƯỚC (VÍ DỤ SO SÁNH 1)

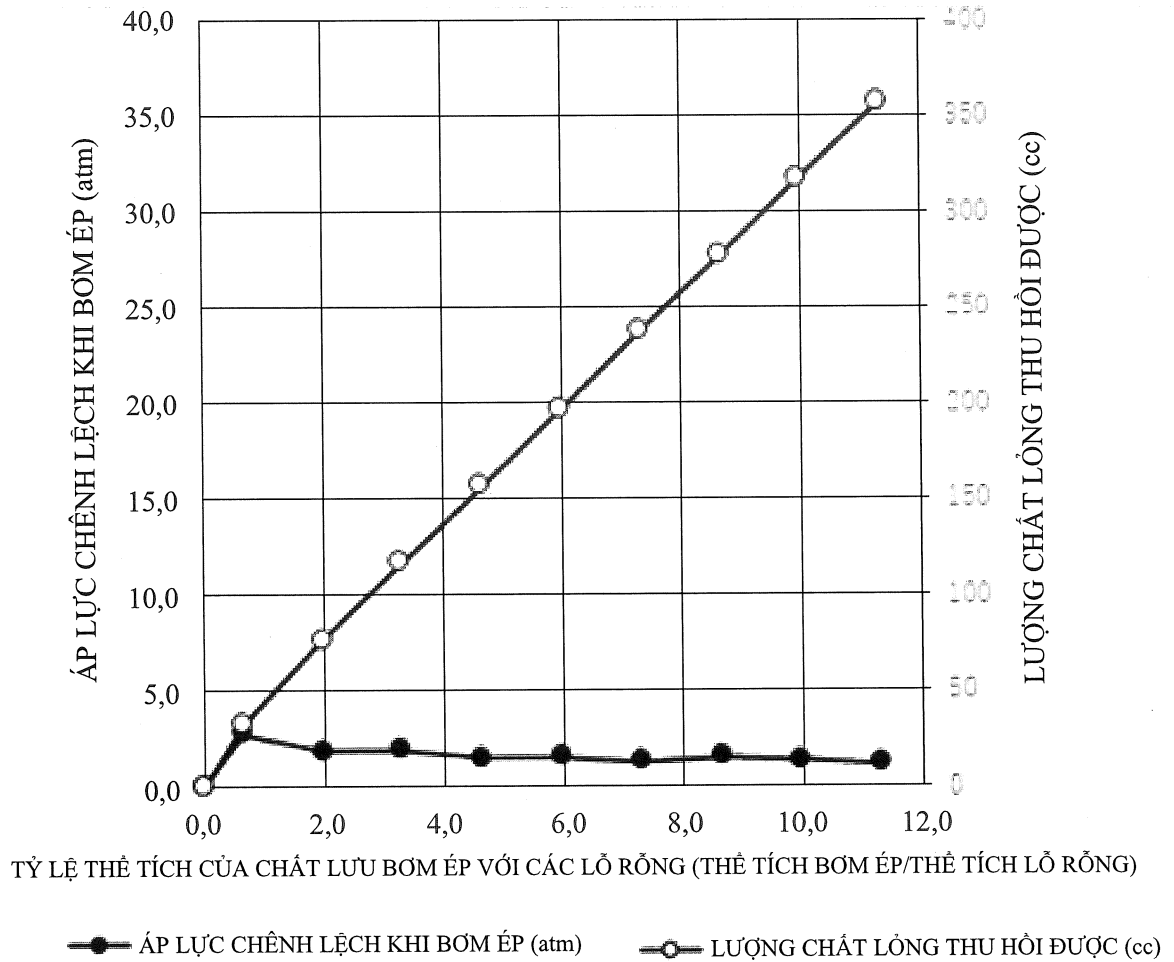


FIG 26

THỬ NGHIỆM (2) ĐỂ XÁC ĐỊNH SỰ CÓ MẶT CỦA SỰ TẮC NGHẽn
LỖI ĐÁ BẰNG DUNG DỊCH KEO TRONG NƯỚC (VÍ DỤ SO SÁNH 1)

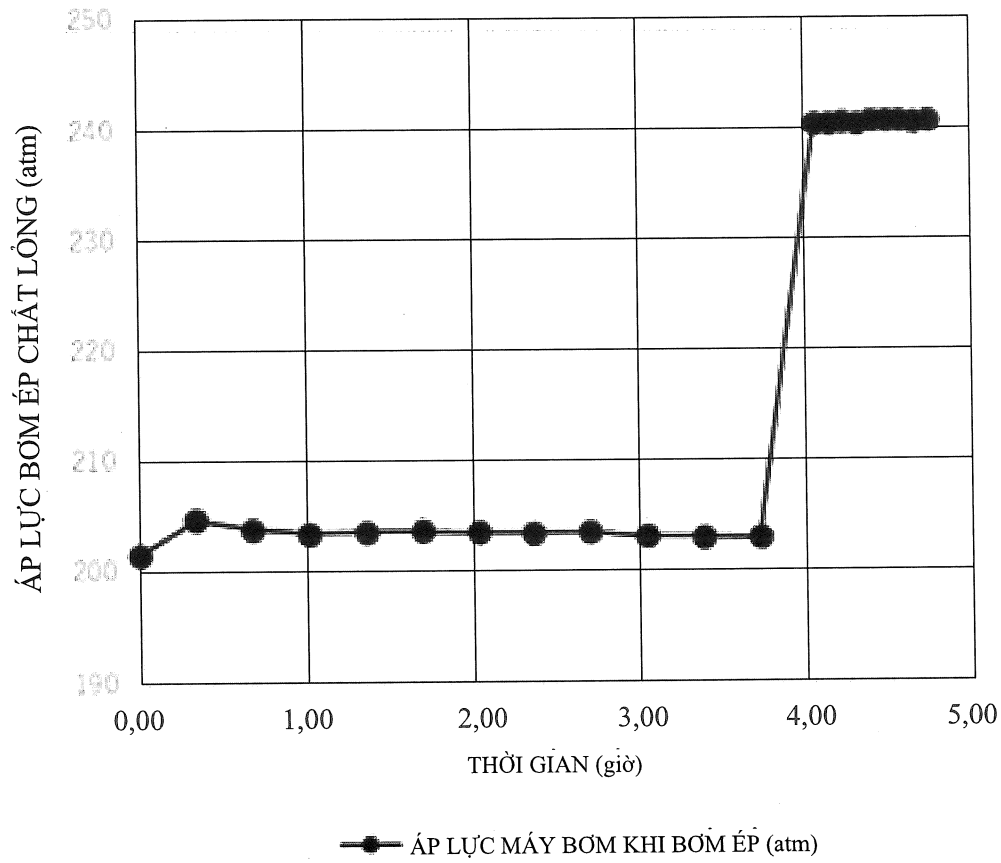


FIG 27

