

一种超低分子量支化叔胺型聚胺制成的页岩插层抑制剂

技术领域

本发明属于油气田钻井技术领域，具体涉及一种超低分子量支化叔胺型聚胺制成的页岩插层抑制剂。

背景技术

井壁不稳定经常导致井壁坍塌、缩径、卡钻等井下复杂事故，增加了钻井时间和钻井成本。75%的井壁不稳定主要发生在泥页岩地层，特别是水敏性地层。页岩地层黏土矿物含量高，页岩气水平井水平段长，钻井液与地层接触的时间长，页岩水化更严重，井壁失稳更加突出。油基钻井液虽然在井壁稳定、润滑防卡、抑制页岩水化膨胀和地层造浆以及快速钻井等方面有明显的优势，但由于其对环境污染严重、处理成本过高而渐渐使国内外研究者将目光聚焦在水基钻井液上，因此开发研究出效果与油基钻井液相当的水基钻井液来代替油基钻井液是当前钻井液技术发展的一种趋势。

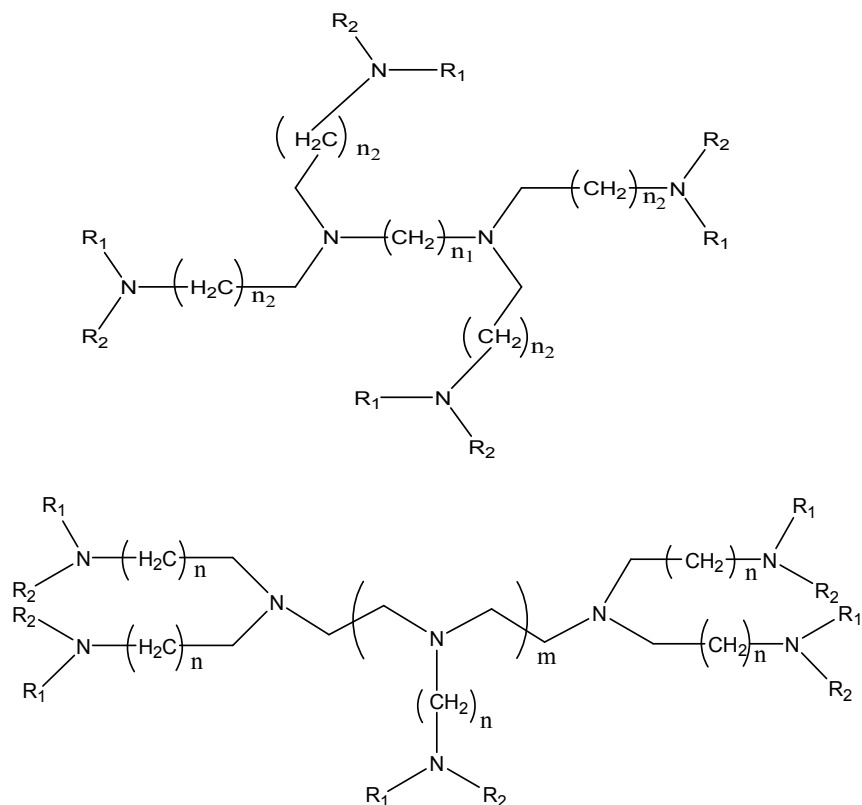
为实现水基钻井液代替油基钻井液，必须首先做到水基钻井液能像油基钻井液那样完全抑制黏土矿物的水化。聚胺类高性能钻井液体系是符合钻井过程多方面要求并认为可替代油基钻井液的新型环保型钻井液，国内外研究表明，以胺类单体为主要原料的聚胺类抑制剂已经被广泛应用于水基钻井液体系，并且取得了较好的抑制效果，但目前所研究和应用的聚胺类抑制剂多为线性结构。而高分子量的线性聚胺抑制剂在水中溶解后通常呈无规线团的构型，使得其与页岩粘土作用时在粘土上的缠绕、包被是不均匀的，容易造成重复吸附或者没有吸附。与此同时，作用基团一般存在于分子链的两端，使得一个分子链通常只含有两个作用基团，在这种情况下线性聚胺抑制剂的作用效果也往往存在一定的局限性。并且高分子量的聚胺化合物难以进入粘土层间，使得其抑制性能被限制。

发明内容

本发明的目的是针对上述现有技术中存在的缺陷和不足，提供一种超低分子量支化叔胺型聚胺制成的页岩插层抑制剂，本发明具有无毒无害、产率高，相对于同类产品效果更好等特点。

说明书

本发明解决上述技术问题所提供的技术方案是：一种超低分子量支化叔胺型聚胺制成的页岩插层抑制剂，由超低分子量支化叔胺型聚胺和水混合配置而成，其中超低分子量支化叔胺型聚胺在页岩插层抑制剂中的质量百分比为 0.5-10%，所述超低分子量支化叔胺型聚胺以多胺类化合物和含有烯键的叔胺类化合物为原料、用分步合成法或一锅法合成，其理想的、完全支化的结构式为如下之一：



其中， R_1 、 R_2 分别为 C_1 - C_4 烷基； n_1 为 1-10； n_2 为 1-5； n 为 1-5； m 为 1-4。

进一步的，所述超低分子量支化叔胺型聚胺的分步合成法为以下步骤：

S1、将 0.1 摩尔的多胺类化合物与 0.1 摩尔含有烯键的叔胺类化合物分别溶解在 80-110mL 的等量溶剂中，在 10-40℃ 条件下将含有烯键的叔胺类化合物的溶液逐滴加入多胺类化合物的溶液中，滴加完后，再升温至 90-100℃，加热回流反应 4-12h，反应完毕后，旋蒸至干，即得到 G1 超低分子量叔胺型聚胺化合物；

S2、将步骤 S1 制备的 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺与 1 摩尔份含有烯键的叔胺类化合物分别溶解在 80-110mL 等量溶剂中，在 10-40℃ 条件下将含有烯键的叔胺类化合物的溶液逐滴加入 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的溶液中，滴加完后，再升温至 90-100℃，加

说明书

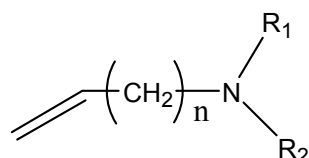
热回流反应 4-16h, 反应完毕后旋蒸至干即得到 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺;

S3、取上一步制得的 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺, 按照步骤 S2 所述进行操作, 反应步骤的最大步数与多胺类化合物中胺基基团的氢原子的个数 M 相同, 各步骤反应完成后, 得到 G1-GM 超低分子量支化叔胺型聚胺。

进一步的, 所述一锅合成法具体操作为: 将 0.1 摩尔的多胺类化合物 (胺基基团的氢原子数目为 M) 与 0.1M 摩尔含有烯键的叔胺类化合物分别溶解在 80-120mL 等量溶剂中, 在 10-40℃ 条件下将含有烯键的叔胺类化合物的溶液逐滴加入多胺类化合物的溶液中, 滴加完后, 再升温至 90-100℃, 加热回流反应 4-12h, 反应完毕后, 旋蒸至干即得到 GM 超低分子量支化叔胺型聚胺。

进一步的, 所述烷基二胺为乙二胺、丙二胺、丁二胺、戊二胺、己二胺、庚二胺、辛二胺、壬二胺或癸二胺、N-甲基乙二胺、1,2-二氨基丁烷中的一种; 所述多乙烯多胺为二乙烯三胺、三乙烯四胺、四乙烯五胺、五乙烯六胺、三(2-胺乙基)胺、三(3-氨基丙基)胺、三(1-丙基氨基)胺中的一种。

进一步的, 所述含烯键的叔胺类化合物结构式如下:



其中, n 为 1-5; R₁、R₂ 分别为 C₁-C₄ 烷基。

进一步的, 所述有机溶剂为无水甲醇、无水乙醇、丙酮、异丙醚中的一种。

进一步的, 所述旋蒸温度为 105℃, 绝对真空度小于 3000Pa。

本发明的有益效果如下:

1、本发明的超低分子量支化叔胺型聚胺的制备方法技术稳定可靠、产率较高、合成产品所需的原料易得, 分步合成法和一锅合成法各有其优点: 分步合成法可以根据实际需要合成不同的超低分子量支化叔胺型聚胺; 一锅合成法的总合成产率较高, 反应步骤少, 反应时间较短, 两种合成法均较为简单易用, 适合工业化生产。

2、采用本发明提供的方法合成的超低分子量支化叔胺型聚胺无毒无害、水溶性良好、

制成的页岩插层抑制剂的抑制性能相比于伯胺型等抑制剂有明显提升，能完全满足各种复杂井况的钻井需求，有效降低由于泥页岩水化分散发生井壁不稳定的发生概率。

附图说明

- 图 1、实施例 1 中分步法合成的 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 2、实施例 1 中分步法合成的 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 3、实施例 1 中分步法合成的 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 4、实施例 1 中分步法合成的 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 5、实施例 1 中分步法合成的 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 6、实施例 2 中一锅法合成的 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 7、实施例 3 中分步法合成的 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 8、实施例 3 中分步法合成的 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 9、实施例 3 中分步法合成的 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 10、实施例 3 中分步法合成的 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图；
图 11、实施例 4 中一锅法合成的 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的质谱图。

具体实施方式

以下结合附图 1-11 及优选实施例对本发明进行进一步说明，应当理解，此处所描述的优选实施例仅用于说明和解释本发明，并不用于限定本发明。若未特别指出，实施例中涉及到的百分号“%”均为质量百分比。若未特别指出，实施例中涉及到的化学用品均为工业级用品，并可从常规手段获得。

实施例 1

由二乙烯三胺和二甲基烯丙基胺作为原料，采用分步合成法制备超低分子量支化叔胺型聚胺，具体步骤如下：

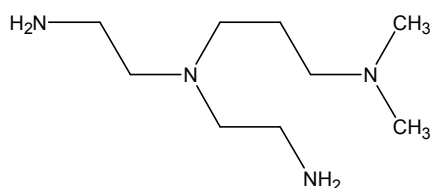
(1) G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成：准确称取 0.1 摩尔二乙烯三胺和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 80mL 无水甲醇中，将二乙烯三胺的甲醇溶液转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液用恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶

说明书

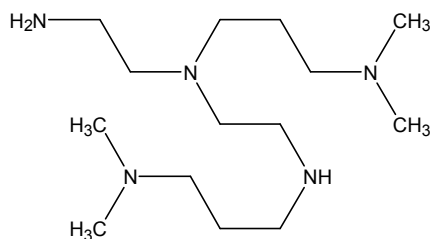
中并搅拌，滴加完后，再升温至 95℃，加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺。

G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式为： $C_9H_{24}N_4$ ，精确分子量：188.201，摩尔质量：188.207，质荷比：188.207(100%)，189.203(11.9%)。元素分析：C，57.40；H，12.85；N，29.75。如图 1 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 189.207，由于 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 188.207 与理论精确分子量 188.201 相符合，产率为 96.3%。

G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：



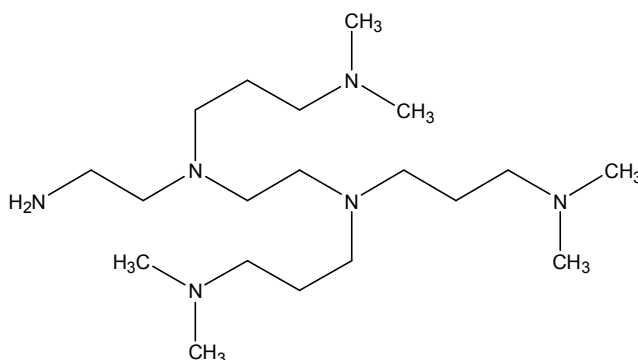
(2) G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成：取 0.1 摩尔 G1 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 80mL 无水甲醇中，将 G1 的甲醇溶液转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液用恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完毕后，再升温至 95℃，加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺。G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式为： $C_{14}H_{35}N_5$ ，精确分子量：273.289，摩尔质量：273.461，质荷比：273.289(100%)，274.293(15.6%)，275.296(1.1%)。元素分析：C，61.49；H，12.90；N，25.61。如图 2 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 274.297，由于 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 273.297 与理论精确分子量 273.289 相符合，产率为 96.1%。G2 超低分子量叔胺型聚胺化合物的分子结构式如下：



说明书

(3) G3 超低分子量叔胺型聚胺化合物的合成: 取 0.1 摩尔 G2 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 100mL 无水甲醇中, 将 G2 的甲醇溶液转移至圆底烧瓶中, 在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液用恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌, 滴加完毕后, 再升温至 95℃, 加热回流反应 8h, 反应完毕后, 在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂, 得到 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺。G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式: $C_{19}H_{46}N_6$, 精确分子量: 358.378, 摩尔质量: 358.609, 质荷比: 358.378(100%), 359.382(21.1%), 360.385(2.1%)。元素分析: C, 63.64; H, 12.93; N, 23.44。如图 3 所示, 通过 LC-MS 测得质荷比为 359.386, 由于 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子, 其分子量 358.386 与理论精确分子量 358.378 相符合, 产率 95.8%。

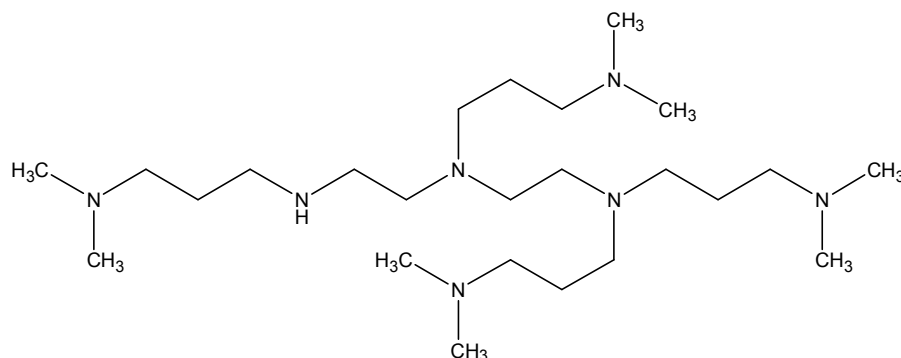
G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下:



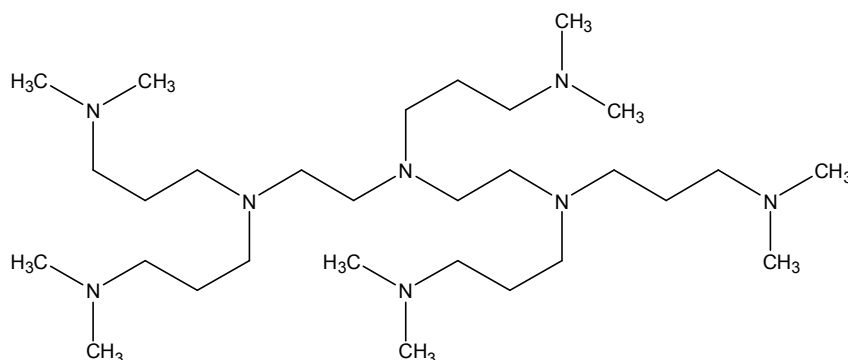
(4) G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成: 取 0.1 摩尔 G3 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 100mL 无水甲醇中, 将 G3 的甲醇溶液转移至圆底烧瓶中, 在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液用恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌, 滴加完毕后, 再升温至 95℃, 加热回流反应 8h, 反应完毕后, 在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂, 得到 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺。G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式: $C_{24}H_{57}N_7$, 精确分子量: 443.468, 摩尔质量: 443.756, 质荷比: 443.468(100.0%), 444.471(26.7%), 445.474(2.6%)。元素分析: C, 64.96; H, 12.95; N, 22.09。如图 4 所示, 通过 LC-MS 测得质荷比为 444.475, 由于 G4 超低分子量叔胺型聚胺化合物得到一个质子, 其分子量 443.475 与理论精确分子量 443.468 相符合, 产率 96.1%。

说明书

G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：



(5) G5 超低分子量叔胺型聚胺化合物的合成：取 0.1 摩尔 G4 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 110mL 无水甲醇中，将 G4 的甲醇溶液转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基的甲醇溶液用恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完毕后，再升温至 95℃，加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺。G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式： $C_{29}H_{68}N_8$ ，精确分子量：528.557，摩尔质量：528.904，质荷比：528.557(100.0%)，529.560(32.3%)，529.554(3.0%)。元素分析：C，65.86；H，12.96；N，21.19。如图 5 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 529.564，由于 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 528.564 与理论精确分子量 528.557 相符合，产率 96.1%。G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：

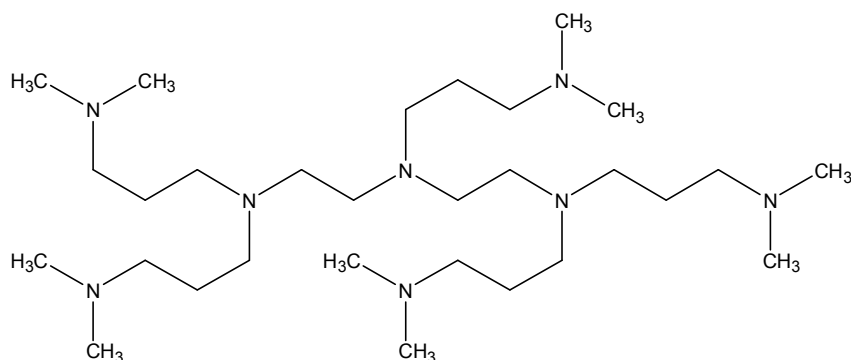


实施例 2

由二乙烯三胺和二甲基烯丙基胺作为原料，采用一锅法制备超低分子量支化叔胺型聚

胺，具体步骤如下

准确称取摩尔比为 1:5 的二乙烯三胺和二甲基烯丙基分别溶解在 100mL 无水甲醇中，且二乙烯三胺的为 0.1 摩尔，在 25℃ 的条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液逐滴加入二乙烯三胺的甲醇溶液中，滴加完后，再升温至 100℃，加热回流反应 12h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下减压蒸馏，蒸干溶剂即得到 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺。G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式： $C_{29}H_{68}N_8$ ，精确分子量：528.557，摩尔质量：528.904，质荷比：528.557(100.0%)，529.560(32.3%)，529.554(3.0%)。元素分析：C 65.86；H 12.96；N 21.19。如图 6 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 529.564，由于 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 528.564 与理论精确分子量 528.557 相符合，产率 90.6%。G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：

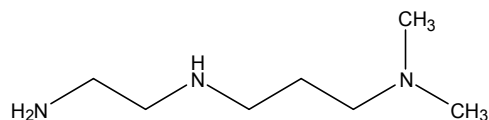


实施例 3

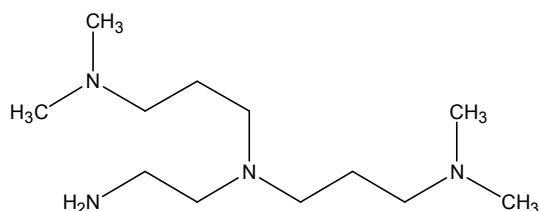
由乙二胺和二甲基烯丙基胺作为原料，采用分步合成法制备超低分子量支化叔胺型聚胺，具体步骤如下：

(1) G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成：取 0.1 摩尔乙二胺和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 80mL 无水甲醇中，将乙二胺的甲醇溶液转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液用恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完后，再升温至 95℃，加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺。G1 超低分子量

支化叔胺型聚胺的分子式为： $C_7H_{19}N_3$ ，精确分子量：145.158，摩尔质量：145.246，质荷比：145.158(100.0%)，146.161(7.8%)，146.155(1.1%)。元素分析：C，57.88；H，13.19；N，28.93。如图 7 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 146.165，由于 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 145.165 与理论精确分子量 145.158 相符合，产率为 95.8%。G1 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：

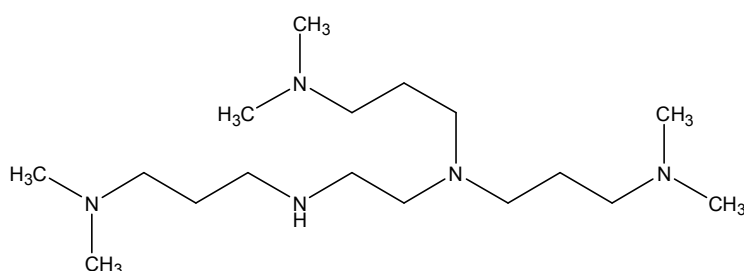


(2) G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成：取 0.1 摩尔 G1 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 80mL 无水甲醇中，将 G1 转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完后，再升温至 95℃，加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺。G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式为： $C_{12}H_{30}N_4$ ，精确分子量：230.247，摩尔质量：230.393，质荷比：230.247(100.0%)，231.250(13.3%)，231.244(1.5%)。元素分析：C，62.56；H，13.12；N，24.32。如图 8 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 231.254，由于 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 230.254 与理论精确分子量 230.247 相符合，产率为 96.0%。G2 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：

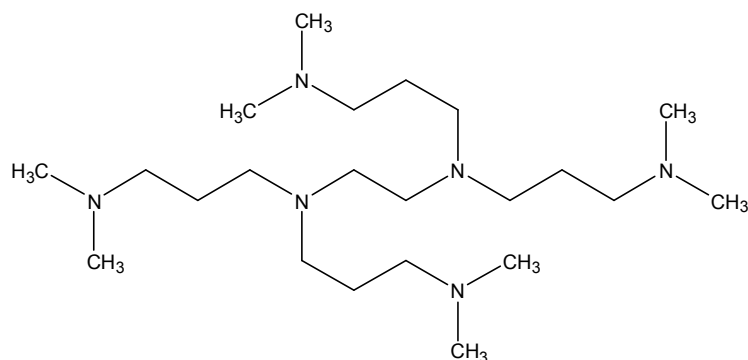


(3) G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成：取 0.1 摩尔 G2 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 100mL 无水甲醇中，将 G2 转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完后，再升温至 95℃，

加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺。G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式为： $C_{17}H_{41}N_5$ ，精确分子量：315.336，摩尔质量：315.541，质荷比：315.336(100.0%)，316.340(18.9%)，317.343(1.7%)。元素分析：C，64.71；H，13.10；N，22.19。如图 9 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 316.349，由于 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 315.349 与理论精确分子量 315.336 相符合，产率为 95.2%。G3 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：



(4)G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的合成：取 0.1 摩 G3 和 0.1 摩尔二甲基烯丙基胺分别溶解在 100mL 无水甲醇中，将 G3 转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完后，再升温至 95℃，加热回流反应 8h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺。G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式为： $C_{22}H_{52}N_6$ ，精确分子量：400.425，摩尔质量：400.688，质荷比：400.425(100.0%)，401.432(24.5%)，402.432(2.9%)，401.422(2.2%)。元素分析：C，65.95；H，13.08；N，20.97。如图 10 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 401.433，由于 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 400.433 与理论精确分子量 400.425 相符合，产率为 95.8%。G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：



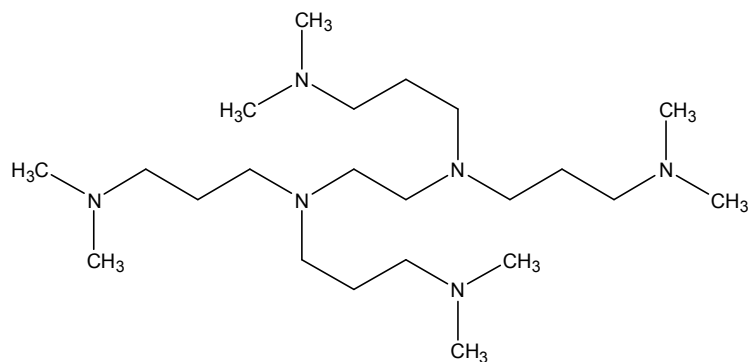
实施例 4

由乙二胺和二甲基烯丙基胺作为原料，采用一锅合成法制备超低分子量支化叔胺型聚胺，具体步骤如下：

准确称取摩尔比为 1:4 的乙二胺和二甲基烯丙基胺分别溶解在 120mL 无水甲醇中，且乙二胺为 0.1 摩尔，将乙二胺转移至圆底烧瓶中，在 25℃ 条件下，将二甲基烯丙基胺的甲醇溶液恒压分液漏斗缓慢的加入至圆底烧瓶中并搅拌，滴加完后，再升温至 95℃，加热回流反应 12h，反应完毕后，在 105℃、绝对真空度小于 3000Pa 的条件下使用旋转蒸发仪蒸掉溶剂，得到 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺。G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子式为：

$C_{22}H_{52}N_6$ ，精确分子量：400.425，摩尔质量：400.688，质荷比：400.425(100.0%)，401.432(24.5%)，402.432(2.9%)，401.422(2.2%)。元素分析：C，65.95；H，13.08；N，20.97。如图 11 所示，通过 LC-MS 测得质荷比为 401.433，由于 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺得到一个质子，其分子量 400.433 与理论精确分子量 400.425 相符合，产率 90.6%。

G4 超低分子量支化叔胺型聚胺的分子结构式如下：



说明书

二、性能测试

将实施例 1-4 所制得的超低分子量支化叔胺型聚胺与清水配置而成的抑制剂与常规的页岩插层抑制剂（选用乙二胺类抑制剂与聚胺类抑制剂）进行对比实验，采用线性膨胀率来评价上述实施例制备的抑制剂性能，其具体操作步骤参照《SY-T5613-2000 泥页岩理化性能试验方法》和《SY/T5971-1994 注水用粘土稳定剂性能评价方法》。线性膨胀率越低，说明抑制剂的抑制性能越好。试验后测得的数据如表 1-2 所示。

表 1 线性膨胀率

组分	线性膨胀率 (%)	
	2h	16h
清水	280.21	294.32
1%乙二胺	250.25	260.23
1%聚胺	112.17	148.49
1%实施例 1 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	82.23	93.68
1%实施例 1 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	75.62	83.57
1%实施例 1 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	70.15	78.54
1%实施例 1 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	67.91	72.15
1%实施例 1 所制得 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺	65.39	70.47
1%实施例 2 所制得 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺	65.68	70.59
1%实施例 3 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	89.45	95.69
1%实施例 3 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	83.69	89.08
1%实施例 3 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	79.37	82.23
1%实施例 3 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	72.85	78.45
1%实施例 4 所制得 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺	76.27	80.17

表 2 抑制剂加量对线性膨胀率的影响

组分	线性膨胀率 (%)	
	2h	16h
1%实施例 1 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	82.23	93.68

说明书

2%实施例 1 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	80.27	89.34
3%实施例 1 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	77.19	85.18
1%实施例 1 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	75.62	83.57
2%实施例 1 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	73.93	80.21
3%实施例 1 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	71.58	78.52
1%实施例 1 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	70.15	78.54
2%实施例 1 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	69.82	74.98
3%实施例 1 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	68.73	72.64
1%实施例 1 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	67.91	72.15
2%实施例 1 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	66.51	69.95
3%实施例 1 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	65.72	68.25
1%实施例 1 所制得 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺	65.39	70.47
2%实施例 1 所制得 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺	63.23	68.93
3%实施例 1 所制得 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺	61.53	65.78
1%实施例 2 所制得 G6 超低分子量支化叔胺型聚胺	65.68	70.59
2%实施例 2 所制得 G6 超低分子量支化叔胺型聚胺	66.54	72.39
3%实施例 2 所制得 G6 超低分子量支化叔胺型聚胺	63.12	69.63
1%实施例 3 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	89.45	95.69
2%实施例 3 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	85.24	89.25
3%实施例 3 所制得 G1 超低分子量支化叔胺型聚胺	80.11	85.02
1%实施例 3 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	83.69	89.08
2%实施例 3 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	80.05	83.53
3%实施例 3 所制得 G2 超低分子量支化叔胺型聚胺	76.98	80.32
1%实施例 3 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	79.37	82.23
2%实施例 3 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	76.65	79.58
3%实施例 3 所制得 G3 超低分子量支化叔胺型聚胺	73.22	75.84
1%实施例 3 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	72.85	78.45
2%实施例 3 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	69.46	74.67
3%实施例 3 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	65.58	71.48
1%实施例 4 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	76.27	80.17
2%实施例 4 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	73.02	77.23
3%实施例 4 所制得 G4 超低分子量支化叔胺型聚胺	69.58	70.24

由表 1 所示的线性膨胀率结果可以看出，在相同加量的条件下，不同类型的超低分子量支化叔胺型聚胺均表现出了优异的抑制性能，比同类产品乙二醇和聚胺有更好的抑制性

能；相比于具有 2 个伯胺基团的乙二胺，具有多个叔胺基团的超低分子量支化叔胺型聚胺的抑制性能更好。一锅法合成的 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的抑制性与分步法合成的 G5 超低分子量支化叔胺型聚胺的抑制性能相当。

由表 2 所示的抑制剂加量对线性膨胀率的影响结果可以看出，随着抑制剂加量的增加，线性膨胀率降低，抑制性能更好，随着叔胺基团数量的增加，抑制性能也随之提高。

综上所述，本发明的超低分子量支化叔胺型聚胺的制备方法技术稳定可靠、产率较高、合成产品所需的原料价格低廉，适用于工业化生产；并提供了分步合成法和一锅合成法两种合成方法，且各有其优点；合成的超低分子量支化叔胺型聚胺产品无毒无害、水溶性良好、制成的页岩插层抑制剂的抑制性能相比于同类产品有明显提升，能完全满足各种复杂井况的钻井需求，有效降低由于泥页岩水化分散发生井壁不稳定的问题。

对于本领域技术人员而言，显然本发明不限于上述示范性实施例的细节，而且在不背离本发明的精神或基本特征的情况下，能够以其他的具体形式实现本发明。因此，无论从哪一点来看，均应将实施例看作是示范性的，而且是非限制性的，本发明的范围由所附权利要求而不是上述说明限定，因此旨在将落在权利要求的等同要件的含义和范围内的所有变化囊括在本发明内。不应将权利要求中的任何附图标记视为限制所涉及的权利要求。

此外，应当理解，虽然本说明书按照实施方式加以描述，但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案，说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见，本领域技术人员应当将说明书作为一个整体，各实施例中的技术方案也可以经适当组合，形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。