Vietnam Journal of Catalysis and Adsorption
Tạp chí xúc tác và hấp phụ Việt Nam

https://jca.edu.vn

Nghiên cứu tổng hợp vật liệu epoxy độ nhớt thấp có khả năng đóng rắn trong nước sử dụng trong trám các giếng khoan dầu khí

Research on the synthesis of low-viscosity epoxy materials capable of curing in water for application in oil and gas well sealing

Hoàng Thị Yến[1,*], Phạm Đức Dương[1], Lê Hoàng Yến Trang[1], Vũ Thị Huệ[1], Trần Xuân Hiệp[2], Đào Quốc Tùy[1,*]

[1] *Khoa Kỹ thuật Hóa học, Trường Hóa và Khoa học Sự sống, Đại học Bách Khoa Hà Nội, số 1 Đại Cồ Việt, Hà Nội, Việt Nam*
[2] *Công ty cổ phần Plato Việt Nam, Phổ Yên, Thái Nguyên, Việt Nam*
** Email: yen.ht212123@sis.hust.edu.vn; tuy.daoquoc@hust.edu.vn*

ARTICLE INFO

Received: 14/05/2025
Accepted: 29/06/2025
Published: 30/06/2025

Keywords:
Epoxy materials; Oil recovery; Low viscosity; Accelerator; Curing time

ABSTRACT

Research on the synthesis of low-viscosity epoxy materials capable of curing in water for use in the grouting of oil and gas structures. The base epoxy is synthesized from the reaction of the epoxy groups in epichlorohydrin and the hydroxyl groups in bisphenol-A, using a 20% sodium hydroxide solution as a catalyst for the synthesis process. The resin system uses diethyl toluene diamine as a curing agent, 1,6-Hexanediol diglycidyl ether as a diluent to reduce viscosity, and 2,4,6-Tris(dimethylaminomethyl)phenol as an accelerator to adjust the curing reaction time. The structure of the epoxy resin is characterized by Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR). Thermal stability is evaluated using Thermogravimetric analysis (TGA) and Differential scanning calorimetry (DSC). The equivalent weight of the epoxy is determined by the ASTM D1652 chemical titration method. The viscosity and gel time under high temperature and high-pressure conditions are determined using a specialized Consistormeter according to API standards. The compressive strength UCA of the epoxy is assessed after 24 hours of curing. Rheological parameters are determined using a rheometer and FANN viscosity meter. Experimental results show that the resin has low viscosity, can cure in water, and the material after curing exhibits high mechanical strength and thermal stability. It has an appropriate curing time and viscosity under conditions of 85°C and 35.6 MPa.

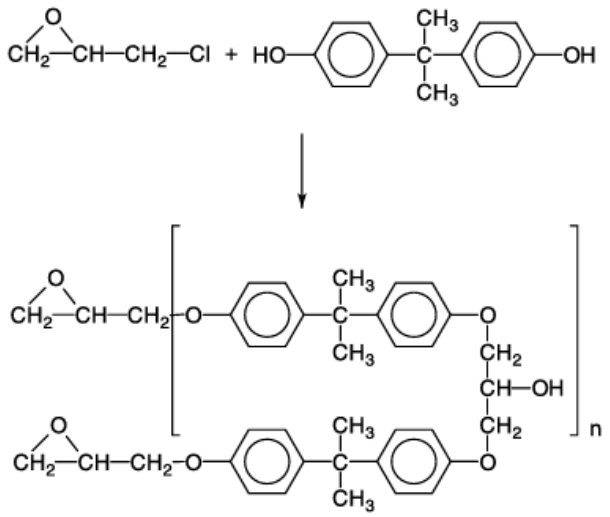
Giới thiệu chung

Công nghệ trám ép là giải pháp kỹ thuật quan trọng trong khai thác dầu khí, được sử dụng nhằm xử lý các khuyết tật trong vành xuyến xi măng giữa các ống chống hoặc giữa ống chống với thành giếng, giúp ngăn chặn sự dịch chuyển của lưu thể không mong muốn và đảm bảo an toàn vận hành giếng [1]. Nguyên nhân chung là do sự suy giảm tính cách ly của vành đá xi măng, vì vậy có thể được xử lý hiệu quả bằng công nghệ trám ép với vật liệu và thiết bị phù hợp. Nhiều loại vật liệu có cường độ cao, độ thấm thấp và mô đun đàn hồi

https://doi.org/10.62239/jca.2025.028

thấp như xi măng silicat truyền thống, xi măng siêu mịn, siêu siêu mịn, gel polymer và nhựa polymer đã được sử dụng để trám bịt [2-4]. Tuy nhiên, các vật liệu này vẫn tồn tại một số hạn chế nhất định dù đã được ứng dụng thực tiễn [5,6]. Ví dụ, xi măng siêu mịn khó xâm nhập vào các lỗ có kích thước nhỏ hơn 300 micromet và dễ bị nhiễm bẩn. Gel polymer có thể thấm vào các khe nhỏ nhưng lại có độ bền cơ học và khả năng bám dính hạn chế [7,8,10].

Nhựa epoxy là một polymer nhiệt rắn, hệ nhựa bao gồm epoxy nền, chất pha loãng làm giảm độ nhớt của nhựa, chất đóng rắn và chất xúc tiến dùng để điều chỉnh thời gian cho phản ứng đóng rắn [11] [12]. Khi đóng rắn, nhựa epoxy hình thành mạng lưới liên kết ngang mang lại độ bền cơ học cao, tính đàn hồi tốt; có khả năng bám dính tốt; bền dưới tác động ăn mòn; bền nhiệt, đáp ứng nhiệt độ sử dụng có thể cao tới 145°C. Nhựa epoxy không chứa pha rắn nên có độ linh động cao, dễ dàng thâm nhập tốt vào các khe nứt nhỏ. Epoxy bền trong môi trường một số hóa chất ăn mòn mạnh ở nhiệt độ tới 93°C, bền trong hydrocarbon và alcohol. Độ bền nén của vật liệu epoxy từ nằm trong khoảng 56 - 70 Mpa và cường độ bám dính có thể cao gấp 9 lần so với xi măng Portland [13]. Diglycidyl ether của bisphenol-A (DGEBA) được tạo ra từ phản ứng của nhóm epoxy trong epichlorohydrin với nhóm hydroxyl trong bisphenol-A trong môi trường có chất xúc tác bazơ nhằm hỗ trợ loại bỏ HCl khỏi phản ứng trùng ngưng, NaOH là chất được sử dụng phổ biến nhất. Các tính chất của nhựa DGEBA phụ thuộc vào số đơn vị lặp lại n.



Trên cơ sở ứng dụng nhựa epoxy để trám ép sửa chữa giếng nhằm nâng cao chất lượng vữa xi măng và ngăn ngừa hiện tượng áp suất giữa các cột ống chống và dòng chảy ngoài ống, nhóm tác giả nghiên cứu tổng hợp nhựa epoxy độ nhớt thấp có khả năng đóng rắn trong nước ứng dụng trám ép các công trình dầu khí.

Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

Tổng hợp nhựa diglycidyl ether của bisphenol A (DGEBA)

Hóa chất: Epichlorohydrin (C_3H_5ClO), bisphenol A ($C_{15}H_{16}O_2$), acetone (C_3H_6O), NaOH (20%), toluene (C_7H_8), nước cất, chlorobenzene (C_6H_5Cl).

Dụng cụ: bình tam giác 250ml, bình cầu 250ml, cốc có mỏ 250ml, buret 50ml, pipet, sinh hàn nghịch, sinh hàn bóng, nhiệt kế, máy khuấy từ, giá đỡ, tủ sấy.

Tổng hợp DGEBA: Hòa tan 27.37 gam bisphenol A hoàn tan trong 60ml acetone vào cốc thủy tinh 250 ml. Cho 24.40 ml epichlorohydrin vào bình tam giác 250 ml và đặt trên máy khuấy từ gia nhiệt lên 60°C với tốc độ khuấy 40-60 vòng/phút, cho dung dịch bisphenol A vào từ từ. Lắp hệ chưng cất sử dụng sinh hàn nghịch để hồi lưu dung môi, nút cao su có 3 lỗ cho nhiệt kế, sinh hàn và pipet để nhỏ 64,14 gam dung dịch NaOH 20%. Thêm từ từ dung dịch NaOH trong vòng 2 giờ. Sau khi hết NaOH, để hỗn hợp tiếp tục phản ứng trong vòng 2 giờ, duy trì nhiệt độ và tiếp tục khuấy. Khi phản ứng kết thúc làm nguội hỗn hợp từ từ. Tiến hành rửa nhựa epoxy bằng 60ml hỗn hợp toluene và nước với tỷ lệ 1:1. Toluene dùng để pha loãng nhựa và nước hòa tan NaCl. Tiến hành chiết hỗn hợp thu được pha hữu cơ ở trên. Lắp hệ chưng cất ở 110°C-120°C để tách toluene, acetone và nước có trong nhựa. Sấy nhựa ở nhiệt độ 80°C trong 2 giờ.

Pha loãng và đóng rắn nhựa DGEBA

Hóa chất: 1,6-hexanediol diglycidyl ether (HDGE) có khối lượng đương lượng epoxy 145 g/eq, độ nhớt ở 25°C 18 cP; diethyl toluene diamine (DETDA) có chỉ số amine 628 mgKOH/g, độ nhớt ở 25°C 210 cP; 2,4,6-tris(dimethyl aminomethyl)phenol (Tên thương mại DMP-30) có chỉ số amine 605 mgKOH/g, độ nhớt ở 25°C 215cP.

Pha loãng nhựa DGEBA

Cân 15 gam DGEBA vào cốc thủy tinh 250 ml. Đặt cốc lên bếp khuấy từ với tốc độ khuấy 300 – 500 vòng/phút và cho vào từ từ 5 gam HDGE chiếm 25% khối lượng của hỗn hợp . Sau khi cho hết, tiếp tục khuấy trong khoảng 5 – 10 phút đến thu được dung dịch trong suốt, đồng nhất.

Đóng rắn nhựa DGEBA

Tỷ lệ pha amin tính toán theo phương trình (1) và (2):

$$\text{AHEW} = \frac{\text{Khối lượng phân tử amin (g/mol)}}{\text{Số lượng hydro hoạt tính trong 1 phân tử amin}} \quad (1)$$

$$\text{Tỷ lệ pha amin} = \frac{1.2\times \text{AHEW}}{\text{EEW}} \quad (2)$$

https://doi.org/10.62239/jca.2025.028

Trong đó EEW là khối lượng đương lượng epoxy; AHEW là khối lượng đương lượng hydro hoạt tính của chất đóng rắn amine cần thiết để đóng rắn 100 g nhựa epoxy, theo phương trình, AHEW của DETDA được tính là 44,57 g/eq.

Hệ epoxy E25/HDGE-25wt% được đóng rắn bằng chất đóng rắn DETDA, DMP-30 được thêm vào để điều chỉnh thời gian đóng rắn, phối trộn theo các tỷ lệ trong Bảng 2. Hỗn hợp được khuấy bằng máy khuấy từ với tốc độ 300 vòng/phút trong khoảng 5 – 7 phút. Sau khi khuấy trộn hoàn tất, rót hỗn hợp vào khuôn silicone sạch để tiến hành quá trình đóng rắn.

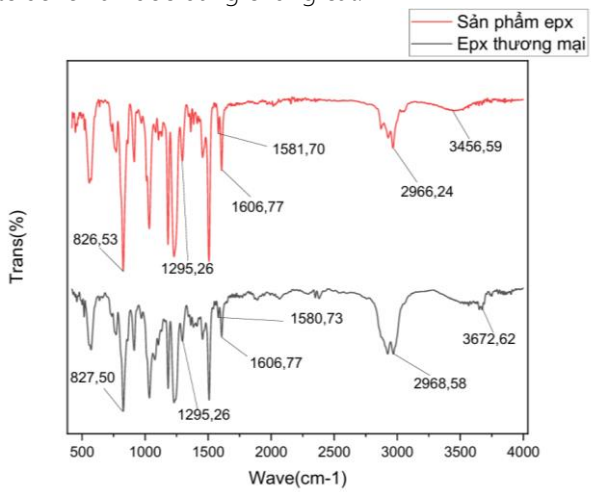
Phương pháp phân tích

Các nhóm liên kết trong nhựa xác định bằng phổ hồng ngoại biến đổi Fourier FT-IR (FTIR Affinity-1S). . Độ ổn định nhiệt và sự phân hủy được đánh giá bằng phân tích nhiệt trọng lượng TGA (SETARAM Labsys TG) và phép đo nhiệt vi sai DSC (SETARAM Labsys DSC 131). Khối lượng đương lượng của epoxy được xác định bằng phương pháp chuẩn độ hóa học ASTM D1652. Độ nhớt đã được đo bằng cách sử dụng độ nhớt quay (Elcometer 2300 RV). Đánh giá độ quánh và thời gian đặc quánh ở điều kiện nhiệt độ cao, áp suất cao được xác định bằng thiết bị chuyên dụng Consistormeter theo tiêu chuẩn API. Đánh giá độ bền nén UCA của epoxy trong 24h bảo dưỡng. Thông số lưu biến được xác định trên máy đo các thông số lưu biến và độ nhớt FANN.

Kết quả và thảo luận

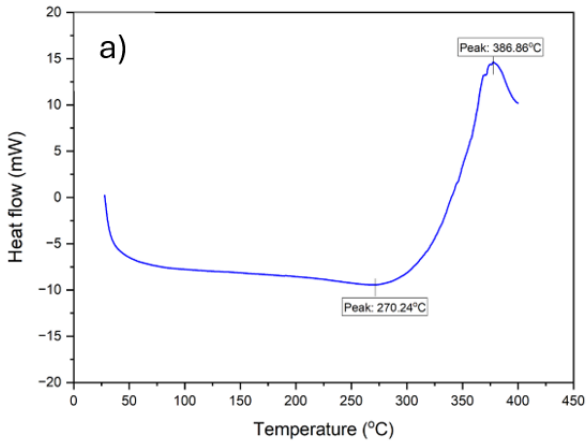
Đặc trưng của epoxy nền

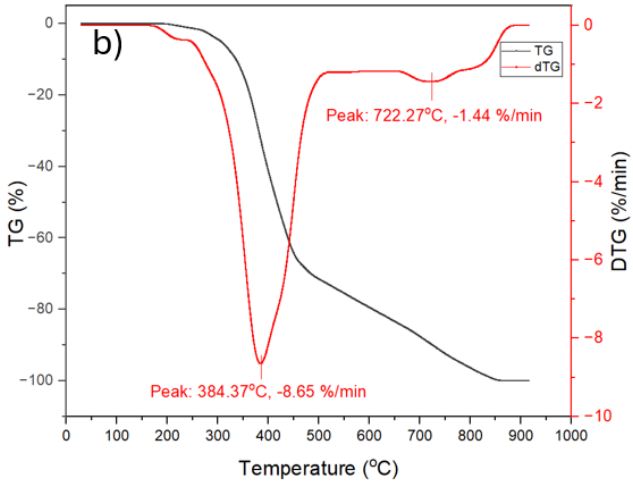
Sự có mặt của các nhóm chức trên cấu trúc của epoxy nền bis-phenol A được xác định bằng phổ hồng ngoại. Hình 1 biểu diễn phổ hồng ngoại của mẫu epoxy thương mại và sản phẩm epoxy sau khi đã loại bỏ toluene và nước bằng chưng cất.



Hình 1: Phổ FT-IR của epoxy E25 và epoxy thương mại

Phổ FT-IR của nhựa epoxy nền bisphenol A và nhựa epoxy thương mại được thể hiện trong Hình 1. Trong phổ FT-IR, đỉnh tại 3456.59 cm^{-1} là do dao động kéo giãn O–H (hydroxyl group), có thể do nhóm hydroxyl tạo thành sau phản ứng mở vòng epoxy hoặc . Đỉnh sắc nét tại 2966.24 cm^{-1} biểu thị dao động C–H kéo giãn trong mạch thẳng aliphatic (CH_2 và CH_3). Đỉnh tại 1606.77 cm^{-1} biểu thị dao động kéo giãn của liên kết C=C trong vòng thơm, trong khi đỉnh tại 1581.70cm^{-1} biểu thị dao động kéo giãn của liên kết C–C trong vòng thơm, đặc trưng cho cấu trúc của bis-phenol A. Đỉnh dao động kéo giãn C–O–C được quan sát tại 1295.26 cm^{-1}, xác nhận sự có mặt nhóm ether của epoxy. Đỉnh đặc trưng và mạnh của C–O–C trong vòng oxirane được quan sát tại 826.53 cm^{-1}, xác nhận phản ứng trùng hợp đã xảy ra.





Hình 2: Kết quả phân tích DSC (a) và TGA (b) của nhựa epoxy E25

Nhiệt độ đỉnh 386.86 °C là nhiệt độ phản ứng oxy hóa mạnh trong môi trường không khí, quá trình này tỏa nhiệt mạnh do sự phá vỡ các liên kết khung epoxy như nhóm oxyran, ether, vòng của bisphenol A. Đỉnh peak

270.24ºC là đỉnh hấp thụ nhiệt, biểu thị sự khởi đầu cho quá trình phân hủy của oligomer dư thừa trong epoxy và các monomer chưa phản ứng hoặc quá trình bay hơi của các tạp chất nếu chỉ mỗi dựa vào DSC thì chưa thể khẳng định được đây nhiệt là nhiệt độ bắt đầu quá trình phân hủy nhựa.

Hình 2b, có sự giảm đột ngột về khối lượng mẫu ở 250ºC và đỉnh tỏa nhiệt phân hủy tối đa xảy ra ở 384.37°C. Quá trình phân huỷ nhiệt này được chia ra làm ba giai đoạn: từ 190°C đến 250°C trùng với vùng thu nhiệt trong DSC, với trọng lượng giảm khoảng 1.31%, do sự bay hơi của nước liên kết trong polyme; từ 250°C đến 515°C (gần trùng với đỉnh tỏa nhiệt mạnh trong DSC tại 386.86°C), với trọng lượng giảm khoảng 70%, do phản ứng phân hủy mạch chính của epoxy, giai đoạn này chiếm gần như toàn bộ khối lượng mất đi của mẫu; từ 515°C đến 800°C, với trọng lượng giảm 25%, do đứt gãy và cacbon hóa thêm của các chuỗi chính polyme và các chuỗi phân tử với nhiệt độ oxy hóa hoàn toàn cặn carbon ở 722.27°C. Mẫu bị phân hủy hoàn toàn mất 99.99% khối lượng, toàn bộ mẫu là vật liệu hữu cơ và bị phân hủy hoàn toàn trong không khí.

Từ kết quả phân tích DSC và TGA, kết luận khoảng 270°C là nhiệt độ khởi đầu cho quá trình phân hủy và ở 384°C sự phân hủy tối đa, khoảng nhiệt độ từ 0°C đến 250°C có sự ổn định về cấu trúc phân tử và khối lượng. Điều này hoàn toàn phù hợp với nhiệt độ làm việc của giếng khoảng 150°C.

Xác định khối lượng đương lượng nhóm epoxy

Khối lượng đương lượng của epoxy được xác định bằng phương pháp chuẩn độ hóa học sử dụng dung dịch hydrobromic acid (HBr) trong axit axetic theo tiêu chuẩn ASTM D1652-97. Mẫu được hòa tan trong dung môi là chlorobenzene và thêm vài giọt chỉ thị crystal violet. Chuẩn độ được thực hiện với dung dịch HBr chuẩn đến khi màu dung dịch chuyển từ tím sang xanh lục nhạt, đánh dấu điểm kết thúc của phản ứng. Khối lượng đương lượng epoxy, như sau (phương trình 3):

$$\text{EEW} = \frac{1000W}{N(V-B)} \qquad (3)$$

Trong đó W là khối lượng mẫu (g),V thể tích HBr dùng cho mẫu (mL), B là thể tích HBr dùng cho mẫu trắng (mL) (B=0ml), N là nồng độ HBr (N)

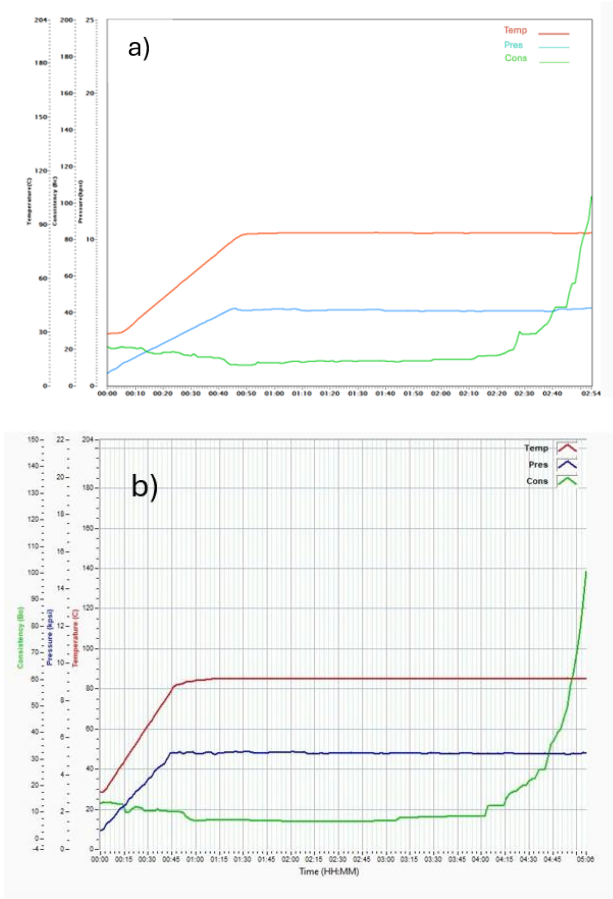
Xác định hàm lượng chất pha loãng phù hợp để tạo hỗn hợp epoxy độ nhớt thấp.

EEW của hỗn hợp nhựa epoxy (DGEBA + chất pha loãng) được tính toán theo công thức (4)

$$\text{EEW hỗn hợp} = \frac{\text{Tổng khối lượng hỗn hợp}}{\left(\frac{\text{Khối lượng của epx}}{\text{EEW của epx}}\right)+\left(\frac{\text{Khối lượng của HDGE}}{\text{EEW của HDGE}}\right)} \qquad (4)$$

Trước pha loãng khối lượng đương lượng (EEW) của mẫu E25 xác định theo ASTM D1652-97 là 249 (g/eq). Sau pha loãng với HDGE-25wt% khối lượng đương lượng (EEW) của mẫu E25 là 211 (g/eq), độ nhớt đạt 130 (cP). Có thể thấy hàm lượng chất pha loãng có ảnh hưởng đáng kể tới độ nhớt của hỗn hợp cũng như khối lượng đương lượng (EEW).

Đánh giá độ quánh và thời gian đặc quánh ở điều kiện nhiệt độ cao, áp suất cao được xác định bằng thiết bị chuyên dụng Consistormeter theo tiêu chuẩn API tại 85ºC



Hình 3: Đồ thị biểu diễn thời gian đặc quánh của hệ epoxy có độ nhớt thấp đóng rắn trong nước khi chưa có chất xúc tiến (a) và khi có chất xúc tiến (b) khảo sát bằng thiết bị Consistormeter theo tiêu chuẩn API ở T=85ºC, P=35.6 Mpa

Khi không sử dụng chất xúc tiến, hệ epoxy phản ứng chậm dẫn đến quá trình tăng độ nhớt diễn ra rất muộn phải mất 2h54 phút để đạt 100 Bc. Dựa vào đồ thị có thể thấy độ nhớt chỉ bắt đầu tăng đột ngột sau 2h45phút kể từ khi bắt đầu gia nhiệt đến 85°C, lúc này các nhóm epoxy và amine phản ứng chủ yếu theo cơ chế nhiệt, không được kích hoạt bởi xúc tiến nên thời gian gel hóa kéo dài.

https://doi.org/10.62239/jca.2025.028

Tuy nhiên trong các công trình trám ép ở các độ sâu của giếng đường ống dài hoặc trám khe/hố lớn, quá trình bơm có thể mất 5–6h, nếu hệ epoxy đặc quánh trước khi hoàn thành bơm ép, dễ gây nghẹt đường ống, mất áp suất. Vì vậy, việc sử dụng chất xúc tiến để kéo dài thời gian đặc quánh và tỷ lệ chất xúc tiến phù hợp là vô cùng quan trọng để đạt được thời gian mong muốn.

Từ hình 3b, có thể thấy rằng khi thêm thành phần chất xúc tiến, thời gian đạt được 5h06 phút, điều đó chứng tỏ việc thêm chất xúc tiến đóng vai trò quan trọng trong việc kéo dài thời gian đặc quánh, và tỷ lệ chất xúc tiến phù hợp ở đây là 9% khối lượng theo hỗn hợp.

Đánh giá độ bền nén UCA của epoxy trong 24h bảo dưỡng ở điều kiện T=85°C, P=1atm

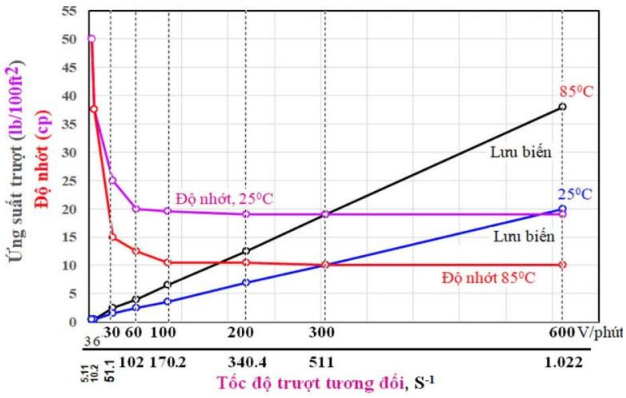
Bảng 1: Độ bền nén của nhựa epoxy trong điều kiện nhiệt độ 85°C

	E25/HDGE/DETDA	Epoxy thương mại (xây dựng)
Độ bền nén 24 giờ	39.12 MPa	36.54 MPa
Độ bền nén 48 giờ	50.38 MPa	51.02 MPa
	Khối lượng riêng hệ nhựa epoxy thương mại : 1.821 g/cm^3 Khối lượng riêng hệ nhựa epoxy E25/HDGE/DETDA : 1.815 g/cm^3	

Hệ epoxy E25/HDGE/DETDA có độ bền nén cao hơn ~7% sau 24 giờ. Điều này cho thấy epoxy E25/HDGE/DETDA đóng rắn nhanh và phát triển cơ tính sớm tốt hơn so với epoxy thương mại trong điều kiện nhiệt 85°C. Sau 48 giờ, cả hai hệ đều đạt độ bền nén tương đương (~50 MPa). Epoxy thương mại có mức tăng trưởng mạnh hơn (từ 36.54 lên 51.02 MPa), tức là khả năng tiếp tục phát triển độ bền theo thời gian tốt. Hệ epoxy E25/HDGE/DETDA có thể đã đạt phần lớn cường độ trong 24 giờ đầu, phù hợp cho các ứng dụng cần đóng rắn nhanh còn epoxy thương mại phát triển chậm hơn nhưng cuối cùng đạt độ bền nén cao hơn, có thể phù hợp cho các ứng dụng cần thời gian thao tác dài và chịu tải lâu dài. Khối lượng riêng của 2 hệ nhựa khá tương đồng nhau điều này cho thấy cả hai hệ có mật độ mạng lưới polymer hóa gần giống nhau và sự khác biệt cơ tính chủ yếu đến từ cấu trúc phân tử, loại chất đóng rắn và chất xúc tiến cho từng hệ nhựa.

Kết quả lưu biến ở nhiệt độ thường và 85°C

Thông số lưu biến được xác định trên máy đo các thông số lưu biến và độ nhớt FANN.



Hình 4: Đường lưu biến và độ nhớt ứng với các tốc độ trượt tương đối khác nhau

Tại 25°C độ nhớt ban đầu cao (~50 cp) ở tốc độ trượt thấp. Khi tốc độ trượt tăng lên, độ nhớt giảm mạnh, sau đó ổn định (~22 cp). Đây là đặc trưng của chất lỏng phi Newton ứng suất trượt tăng dần nhưng không tuyến tính. Khi tăng tốc độ trượt, các chuỗi polymer bị sắp xếp lại theo hướng dòng chảy, dẫn đến ma sát nội tại giảm và các liên kết giữa các chuỗi polymer bị phá vỡ tạm thời. Sau khoảng tốc độ trượt 200–300 s^{-1}, độ nhớt gần như ổn định và đây là giới hạn thấp nhất của độ nhớt động lực học trong điều kiện đó.

Tại 85°C độ nhớt giảm rõ rệt (~10–20 cp) so với 25°C do nhiệt độ cao làm tăng động năng phân tử các chuỗi polymer dao động mạnh, dễ tách rời nhau cùng với đó làm yếu đi tương tác phân tử, giảm cản trở dòng chảy.

Khảo sát sơ bộ thời gian đóng rắn của epoxy nền và chất đóng rắn khi sử dụng chất xúc tiến ở nhiệt độ thường

Bảng 2: Ảnh hưởng của hàm lượng DMP-30 đến thời gian gel hóa và đóng rắn của hệ epoxy ở 25oC

Hàm lượng DMP-30 (%)	Thời gian gel hóa (giờ)	Thời gian đóng rắn (giờ)
0	34	60
9	1.75	21.75
11.5	2	26.75
12.5	2.25	28.75

Khi tăng hàm lượng DMP-30 từ 0% đến khoảng 9%, cả thời gian gel hóa và thời gian đóng rắn đều giảm mạnh. Tuy nhiên, tiếp tục tăng hàm lượng DMP-30 thì thời gian đóng rắn có xu hướng tăng trở lại, thời gian gel hóa không thay đổi nhiều. Điều này cho thấy việc sử dụng

https://doi.org/10.62239/jca.2025.028

DMP-30 với hàm lượng quá cao không mang lại hiệu quả tương ứng, mà còn có thể gây ra những ảnh hưởng bất lợi đến quá trình đóng rắn và đặc tính cơ lý của vật liệu [15]. Hàm lượng DMP-30 ở mức 9% là tối ưu giúp cân bằng hiệu quả phản ứng. Tiến hành đánh giá thời gia đóng rắn khi sử dụng chất xúc tiến DMP-30 với hàm lượng 9% theo hỗn hợp ở 85°C.

Đánh giá thời gian đóng rắn của epoxy nền và chất đóng rắn khi sử dụng chất xúc tiến ở 85°C

Khi tăng hàm lượng chất xúc tiến đóng rắn, thời gian đặc quánh của hỗn hợp nhựa thay đổi trong khi tỷ trọng hỗn hợp ít ảnh hưởng tới thời gian đặc quánh. Từ bản chất hệ nhựa epoxy cho thấy, do hàm lượng chất đóng rắn là con số được xác định theo khối lượng phần epoxy nền và chất pha loãng phản ứng epoxy nên không thể dùng hàm lượng chất đóng rắn để điều chỉnh thời gian đóng rắn và khái niệm khá gần với nó là thời gian đặc quánh dưới góc độ vữa trám ép trong dầu khí. Nhìn chung, thời gian đặc quánh của hệ nhựa epoxy phụ thuộc vào bản chất loại epoxy và hàm lượng chất pha loãng được sử dụng và chỉ có thể điều chỉnh trong một khoảng hẹp khi thay đổi hàm lượng chất pha loãng. Kết hợp những vấn đề vừa nêu trên cho thấy, chất xúc tiến là chất chính dùng để điều chỉnh thời gian đóng rắn và thời gian đặc quánh của hệ nhựa epoxy

Kết luận

Phân tích FT-IR xác nhận cấu trúc đặc trưng của epoxy E25 với nhóm O–H, C–H, C=C, và vòng oxiran. Kết quả DSC và TGA cho thấy nhựa ổn định nhiệt đến khoảng 250°C, bắt đầu phân hủy ở 270°C và đạt phân hủy tối đa ở 384°C – hoàn toàn phù hợp với điều kiện nhiệt độ giếng. Thử nghiệm cơ lý cho thấy hệ epoxy E25/HDGE/DETDA phát triển độ bền nén nhanh hơn epoxy thương mại (~39 MPa sau 24h), phù hợp cho các ứng dụng cần đóng rắn nhanh. Việc điều chỉnh hàm lượng chất xúc tiến và chất pha loãng có ảnh hưởng rõ rệt đến độ nhớt, thời gian đặc quánh và cơ tính vật liệu, giúp định hướng phát triển hệ epoxy phù hợp cho công nghệ trám ép giếng dầu khí. Hệ nhựa epoxy có độ nhớt thấp, được pha chế từ epoxy nền E25 với tỷ lệ chất pha loãng HDGE là 25 wt% và chất đóng rắn DETDA, đạt hiệu quả cao về đặc tính lưu biến, khả năng bơm trám, độ bền cơ học và khả năng đóng rắn trong nước. Tỷ lệ chất xúc tiến DMP-30 tối ưu là 9%, giúp kiểm soát tốt thời gian gel hóa và thời gian đóng rắn, đảm bảo độ đặc quánh phù hợp trong điều kiện nhiệt độ 85°C và áp suất 35.6 MPa.

Tài liệu tham khảo

1. S.E.A. Mahmoud, ACS Omega, 9(8) (2024) 8654. https://doi.org/10.1021/acsomega.3c07365
2. M. Mazloom, A.A. Ramezanianpour, J.J. Brooks, Cem. Concr. Compos., 26(4) (2004) 347–357. https://doi.org/10.1016/S0958-9465(03)00017-9
3. X. Tang, W. Luo, Y. Yang, X. Hu, X. Li, Case Stud. Constr. Mater., 22 (2025) e04390. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2025.e04390
4. H.M. Hamada, F. Abed, H.Y.B. Katman, A.M. Humada, M.S. Al Jawahery, A. Majdi, S.T. Yousif, B.S. Thomas, J. Mater. Res. Technol., 24 (2023) 8887–8908. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.05.147
5. J. Han, J. Wang, W. Yang, X. Wang, R. Ma, W. Wang, S. Zhu, T. Li, Case Stud. Constr. Mater., 19(–) (2023) e02552. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02552
6. J. Cao, C. Huang, H. Sun, Y. Guo, W. Ding, G. Hua, Appl. Sci., 13(23) (2023) 12700. https://doi.org/10.3390/app132312700
7. N. Dou, Z. Wang, G. Leng, H. Liu, Appl. Sci., 13(16) (2023) 2771. https://doi.org/10.3390/app13162771
8. Y. Chen, Y. Li, Y. Peng, D. Zhang, J. Ye, Y. Jiang, ACS Omega, 9(18) (2024) 19732–19736. https://doi.org/10.1021/acsomega.3c10034
9. J. Song, M. Xu, C. Tan, F. You, X. Wang, S. Zhou, Mater., 15(15) (2022) 5258. https://doi.org/10.3390/ma15155258
10. F.L. Jin, X. Li, S.J. Park, J. Ind. Eng. Chem., 29(–) (2015) 1–11. https://doi.org/10.1016/j.jiec.2015.03.026
11. Z. Zeng, T. Zhao, Y. Gong, Z. Yu, Eur. Polym. J., 219(–) (2024) 113375. https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2024.113375
12. J. Xie, K. Huang, Q. Yao, C. Ding, Adv. Mater. Res., 580 (2012) 564–568. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.580.564
13. H. Li, X. Pang, S. Ghabezloo, J. Zhang, X. Shi, J. Qin, J. Mater. Res. Technol., 26 (2023) 3992–4006. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.08.211
14. A. Rudawska, M. Frigione, Polymers, 14(11) (2022) 2277. https://doi.org/10.3390/polym14112277
15. X. Zhao, W. Li, X. Yang, W. Li, F. Zou, W. Guo, G. Zhang, High Volt. Eng., 10 (2024) 12481. https://doi.org/10.1049/hve2.12481