

# (12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织  
国际局

(43) 国际公布日  
2018 年 9 月 7 日 (07.09.2018)



(10) 国际公布号  
**WO 2018/157615 A1**

(51) 国际专利分类号:  
**C09K 8/508** (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2017/108470

(22) 国际申请日: 2017 年 10 月 31 日 (31.10.2017)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

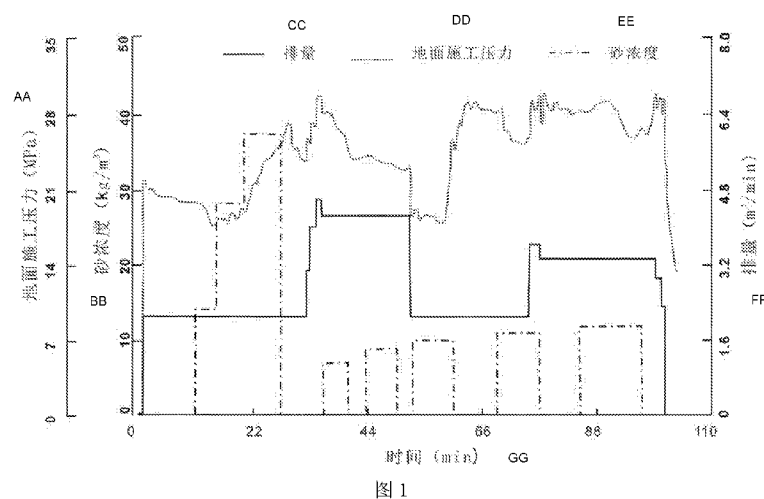
(30) 优先权:  
201710118249.6 2017 年 3 月 1 日 (01.03.2017) CN

(71) 申请人: 中国石油天然气股份有限公司(PETROCHINA COMPANY LIMITED) [CN/CN];  
中国北京市东城区东直门北大街 9 号,  
Beijing 100007 (CN)。

(72) 发明人: 吕宝强(LV, Baoqiang); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。慕立俊(MU, Lijun); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。赵振峰(ZHAO, Zhenfeng); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。陆红军(LU, Hongjun); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。卜向前(BU, Xiangqian); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。齐银(QI, Yin); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。李建山(LI, Jianshan); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。赵伯平(ZHAO, Boping); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。李向平(LI, Xiangping); 中国北京市西城区六铺炕街六号 316 室, Beijing 100724 (CN)。

(54) Title: LOW DENSITY, HIGH STRENGTH AND DEGRADABLE TEMPORARY BLOCKING AGENT, PREPARATION METHOD THEREFOR AND USE THEREOF

(54) 发明名称: 一种低密度、高强度、可降解暂堵剂及其制备方法与应用



AA Ground construction pressure (MPa)  
BB Sand concentration (Kg/m²)  
CC Discharge amount  
DD Ground construction pressure  
EE Sand concentration  
FF Discharge amount (m³/min)  
GG Time (min)

(57) Abstract: The present invention provides a low density, high strength and degradable temporary blocking agent, a preparation method therefor and use thereof. The temporary blocking agent comprises 60 wt% - 85 wt% of polyactic acid, 5 wt% - 20 wt% of starch, 5 wt% - 10 wt% of polycaprolactone, 2 wt% - 5 wt% of a solubilizer, and 2 wt% - 5wt% of a toughening agent, based on 100 wt% of the total weight of the temporary blocking agent. The temporary blocking agent provided in the present invention is a rigid

100724 (CN)。李建辉(LI, Jianhui); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室, Beijing 100724 (CN)。杨立安(YANG, Li'an); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室, Beijing 100724 (CN)。卜军(BU, Jun); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室, Beijing 100724 (CN)。

(74) 代理人: 北京三友知识产权代理有限公司 (BEIJING SANYOU INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY LTD.); 中国北京市金融街35号国际企业大厦A座16层, Beijing 100033 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

temporary blocking agent, which can form bridge plug in existing cracks, and the temporary blocking results in significant pressure rise. In addition, the preparation method of the temporary blocking agent is simple and has fewer process requirements, being applicable in industrial production. The temporary blocking agent provided in the present invention, when being used for temporarily-blocking fracturing, can be completely degraded in the underlying conditions within a certain period of time, and thus does not cause secondary damage to the reservoir, and avoiding the contamination of the stratum cause by the temporary blocking agent and the occurrence of accidents caused by the pump becoming stuck.

(57) 摘要: 本发明提供一种低密度、高强度、可降解暂堵剂及其制备方法与应用。以该暂堵剂的总重量为100wt%计, 其包括60wt%-85wt%的聚乳酸, 5wt%-20wt%的淀粉, 5wt%-10wt%的聚己内酯, 2wt%-5wt%的增溶剂, 2wt%-5wt%的增韧剂。本发明所提供的该暂堵剂为一种刚性暂堵剂, 其能在已有裂缝中形成桥堵, 暂堵升压明显。同时, 该暂堵剂的制备方法简单, 工艺要求低, 可以实现工业化生产。将本发明所提供的暂堵剂应用于暂堵压裂, 在地层条件下, 一定时间内, 其可完全降解, 不会对储层造成二次伤害, 并可避免暂堵剂对地层污染及卡泵事故的发生。

## 一种低密度、高强度、可降解暂堵剂及其制备方法与应用

### 技术领域

5           本发明涉及一种低密度、高强度、可降解暂堵剂及其制备方法与应用，属于油田化工技术领域。

### 背景技术

暂堵压裂技术是在压裂过程中实时加入暂堵剂，暂堵老缝或已加砂裂缝，通过破裂压力、裂缝延伸压力的变化使流体发生转向，从而造出新缝。暂堵剂及其在裂缝内的作用原理是：以颗粒材料桥堵原理为依据开发的缝内转向材料，在重复压裂施工中加入暂堵剂后，由于水力压裂裂缝在井筒附近动态缝宽最大，距离井越远裂缝宽度越来越小，当暂堵剂和支撑剂同时以一定比例进入压裂裂缝后，在支撑剂和暂堵剂的共同作用下，暂堵剂固体颗粒粒径大于裂缝动态宽度的  $1/3-2/3$  时，暂堵剂固体颗粒就会在该处形成桥堵，并挡住后续暂堵剂颗粒前进的道路形成堆积，随着后续暂堵剂的继续加入，产生桥堵和堆积的暂堵剂颗粒越来越多，在裂缝主通道形成一定厚度和长度的堵塞带，阻碍和限制了裂缝的继续延伸和发展，处于井筒和堵塞带之间的裂缝体积随后续携砂液的继续加入，裂缝净压力不断升高，当裂缝内净压力达到微裂缝开启压力或新缝破裂压力时，微裂缝或新缝就会开启，随着后续携砂液的继续加入，微裂缝或新缝就会延伸和扩展，成为新的支裂缝。

20           针对压裂过程中暂堵剂的研究，国内外已经开展了一定的研究工作。

申请号为 201610227808.2 的中国专利公开了一种暂堵剂及其制备方法，该暂堵剂遇水形成滤饼，阻止措施液流向油层，措施结束后原油可将该滤饼状堵剂溶解恢复油层的渗透性，该堵剂是用在油井冲砂施工作业。堵剂成分主要由改性油溶树脂、交联剂和温抗盐超高分子量聚合物等组成。

25           中国专利 CN103409121A 公开了一种水溶性压裂转向暂堵剂，该水溶性压裂转向暂堵剂是由植物淀粉、高聚物、膨胀剂和固化剂组成的，其中，所述植物淀粉、高聚物、膨胀剂和固化剂的质量比为 4.5:3.5:0.5:1.5。其暂堵模式为由堵剂在水中形成滤饼评价其突破压力。

中国专利 CN102653673A 公开了一种能生物降解的暂堵剂，该暂堵剂由生物降

解剂、有机膨胀材料和增稠剂组成，其中，以重量百分比计，所述生物降解剂为黄豆和玉米的颗粒混合物，用量为 60-85%，该颗粒混合物中，黄豆和玉米的重量比例为 1:2 至 2:1，颗粒粒径为出砂粒径的 2 至 3 倍。

由此可见，本领域传统暂堵压裂均以堵剂在裂缝内形成滤饼的滤饼封堵模式为主，为丰富暂堵压裂的暂堵模式，提供一种低密度、高强度、可降解暂堵剂及其制备方法与应用已经成为本领域亟需解决的技术问题。

### 发明内容

为解决上述技术问题，本发明的目的在于提供一种低密度、高强度、可降解暂堵剂及其制备方法与应用。

为实现上述目的，本发明提供了一种低密度、高强度、可降解暂堵剂，以该暂堵剂的总重量为 100wt% 计，其包括 60wt%-85wt% 的聚乳酸，5wt%-20wt% 的淀粉，5wt%-10wt% 的聚己内酯，2wt%-5wt% 的增溶剂，2wt%-5wt% 的增韧剂。

根据本发明具体实施方案，在所述的暂堵剂中，优选地，所述淀粉和聚己内酯的重量比为 1:1-2:1。

根据本发明具体实施方案，在所述的暂堵剂中，优选地，所述聚乳酸的分子量为 900-1100 万，熔点为 175°C，拉伸强度大于 70MPa。

根据本发明具体实施方案，在所述的暂堵剂中，优选地，所述淀粉为可溶性淀粉。

根据本发明具体实施方案，在所述的暂堵剂中，优选地，所述可溶性淀粉包括玉米淀粉、大米淀粉、小米淀粉、木薯淀粉及马铃薯淀粉中的一种或几种的组合。

根据本发明具体实施方案，在所述的暂堵剂中，优选地，所述增韧剂包括丁苯橡胶、聚丁二酸丁二醇酯、聚己二酸丁二醇酯、甲壳素及壳聚糖中的一种。其中，所用丁苯橡胶为工业级产品，其可以增加该暂堵剂产品承压时的韧性。

根据本发明具体实施方案，在所述的暂堵剂中，优选地，所述增溶剂包括甘油、水、聚乙烯醇、聚乙二醇及钛酸四丁酯中的一种。其中，甘油为工业级产品，其为聚乳酸、淀粉、聚己内酯和丁苯橡胶共混时的增溶剂。

根据本发明具体实施方案，优选地，该暂堵剂颗粒的粒径为 1-4mm。其中，在本申请具体实施方式中可以根据目标井动态裂缝宽度的不同来选择暂堵剂颗粒的粒径。

根据本发明具体实施方案，优选地，该暂堵剂颗粒的密度为 1.1-1.3g/cm<sup>3</sup>，承压

强度大于 52MPa。

本发明还提供了所述暂堵剂的制备方法，其包括以下步骤：

将聚乳酸、增溶剂、增韧剂、淀粉及聚己内酯共混后，再经挤塑成型，得到所述暂堵剂。

5 根据本发明具体实施方案，优选地，该制备方法具体包括以下步骤：将聚乳酸、增溶剂、增韧剂、淀粉及聚己内酯进行共混，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机进行挤塑成型，得到所述暂堵剂；

其中，所述双螺杆挤出机挤出温度为 140-160°C，螺杆转速为 100-300 r/min。

10 本申请对暂堵剂制备过程中，原料聚乳酸、增溶剂、增韧剂、淀粉及聚己内酯的加入顺序不作具体要求。

本发明还提供了所述暂堵剂在油田油井或气井暂堵压裂中的应用。

该暂堵剂的具体制备过程为：在聚乳酸、淀粉、增溶剂、聚己内酯和增韧剂等共混材料中，聚乳酸是连续母相，而淀粉由于颗粒较小、成本较低，常在共混体系内作为填充剂，并且淀粉组成分子为多羟基化合物，具有极强的吸水特性，其在一定温  
15 度下可快速吸水膨胀，进而起到降解促进剂的作用。但是，聚乳酸与淀粉共混体系中最主要的问题是疏水性的聚乳酸与亲水性的淀粉之间的界面结合力太弱，即两者相容性较差，因此，改进共混复合材料相容性的方法是引入第三相增溶剂，以减少界面能量，促进扩散，提高聚乳酸和淀粉两相间的粘合力；而所用聚己内酯为生物可降解高分子，其降解速率较慢，聚己内酯与淀粉配合使用可调控暂堵剂体系的降解速率。

20 根据本发明具体实施方案，在所述应用中，优选地，所述油田的储层的温度为 30-90°C。

应用过程中，本发明所提供的暂堵剂的降解过程为：该暂堵剂在地层温度下吸水膨胀开裂，失去力学强度，随时间增加，最终降解为水和二氧化碳。

与现有技术相比，本发明提供的暂堵剂具有如下技术效果：

25 本发明所提供的低密度、高强度、可降解暂堵剂为一种刚性暂堵剂，其能在已有裂缝中形成桥堵，暂堵升压明显；根据 SY/T5108-2006《压裂支撑剂性能指标及测试推荐方法》对本发明所提供的该暂堵剂进行测试，测试结果表明：

该暂堵剂的密度（30°C）为 1.1-1.3g/cm<sup>3</sup>，承压强度大于 52MPa；其在储层温度条件下 48 小时内失去力学强度，最终降解时间为 168 小时（60°C 无氧自然降解）；

适宜温度 30°C 至 90°C 储层

该暂堵剂的制备方法简单，工艺要求低，可以实现工业化生产。

将本发明所提供的暂堵剂应用于暂堵压裂，在地层条件下，一定时间内，其可完全降解，不会对储层造成二次伤害，并可避免暂堵剂对地层污染及卡泵事故的发生。

## 5 附图说明

图 1 为本发明应用例中 G125-164 油井的施工曲线图；

图 2 为本发明应用例中 G123-162 油井的施工曲线图。

## 具体实施方式

为了对本发明的技术特征、目的和有益效果有更加清楚的理解，以下将通过具体的  
10 的实施例详细地说明本发明的实施过程和产生的有益效果，旨在帮助阅读者更好地理解本发明的实质和特点，但是不作为对本案可实施范围的限定。

### 实施例 1

本实施例提供了一种低密度、高强度、可降解暂堵剂，其中，以该暂堵剂的总重量  
15 为 100wt%计，该暂堵剂包括 60wt%的聚乳酸，20wt%的玉米淀粉，10wt%的聚己内酯，5wt%的甘油，5wt%的丁苯橡胶；

上述暂堵剂是通过以下步骤制备得到的：

将聚乳酸、甘油、丁苯橡胶、玉米淀粉及聚己内酯按上述重量百分含量加入到高速混料机中充分搅拌均匀，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机，温度设置  
20 1 区为 140°C、2 区为 155°C、3 区为 160°C、4 区为 160°C、5 区为 155°C，螺杆转速为 100r/min；挤塑成型，得到所述暂堵剂。

### 实施例 2

本实施例提供了一种低密度、高强度、可降解暂堵剂，其中，以该暂堵剂的总重量  
25 为 100wt%计，该暂堵剂包括 75wt%的聚乳酸，11wt%的大米淀粉，8wt%的聚己内酯，4wt%的水，2wt%的聚丁二酸丁二醇酯；

上述暂堵剂是通过以下步骤制备得到的：

将聚乳酸、水、聚丁二酸丁二醇酯、大米淀粉及聚己内酯按上述重量百分含量加入到高速混料机中充分搅拌均匀，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机，温度设置 1 区为 140°C、2 区为 155°C、3 区为 160°C、4 区为 160°C、5 区为 155°C，螺

杆转速为 150r/min；挤塑成型，得到所述暂堵剂。

### 实施例 3

本实施例提供了一种低密度、高强度、可降解暂堵剂，其中，以该暂堵剂的总重量为 100wt%计，该暂堵剂包括 85wt%的聚乳酸，5wt%的小米淀粉，5wt%的聚己内酯，2.5wt%的聚乙烯醇，2.5wt%的聚己二酸丁二醇酯；

上述暂堵剂是通过以下步骤制备得到的：

将聚乳酸、聚乙烯醇、聚己二酸丁二醇酯、小米淀粉及聚己内酯按上述重量百分含量加入到高速混料机中充分搅拌均匀，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机，温度设置 1 区为 140°C、2 区为 155°C、3 区为 160°C、4 区为 160°C、5 区为 155°C，螺杆转速为 200r/min；挤塑成型，得到所述暂堵剂。

### 实施例 4

本实施例提供了一种低密度、高强度、可降解暂堵剂，其中，以该暂堵剂的总重量为 100wt%计，该暂堵剂包括 81wt%的聚乳酸，10wt%的木薯淀粉，5wt%的聚己内酯，2wt%的聚乙二醇，2wt%的甲壳素；

上述暂堵剂是通过以下步骤制备得到的：

将聚乳酸、聚乙二醇、甲壳素、木薯淀粉及聚己内酯按上述重量百分含量加入到高速混料机中充分搅拌均匀，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机，温度设置 1 区为 140°C、2 区为 155°C、3 区为 160°C、4 区为 160°C、5 区为 155°C，螺杆转速为 250r/min；挤塑成型，得到所述暂堵剂。

### 实施例 5

本实施例提供了一种低密度、高强度、可降解暂堵剂，其中，以该暂堵剂的总重量为 100wt%计，该暂堵剂包括 65wt%的聚乳酸，15wt%的马铃薯淀粉，10wt%的聚己内酯，5wt%的钛酸四丁酯，5wt%的壳聚糖；

上述暂堵剂是通过以下步骤制备得到的：

将聚乳酸、钛酸四丁酯、壳聚糖、马铃薯淀粉及聚己内酯按上述重量百分含量加入到高速混料机中充分搅拌均匀，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机，温度设置 1 区为 140°C、2 区为 155°C、3 区为 160°C、4 区为 160°C、5 区为 155°C，螺杆转速为 300r/min；挤塑成型，得到所述暂堵剂。

### 测试例

采用 SY/T5108-2006《压裂支撑剂性能指标及测试推荐方法》对实施例 1-5 得到的低密度、高强度、可降解暂堵剂进行测试，测试结果表明，本发明所提供该暂堵剂具有如下特性：

- 5       (1) 密度 (30°C): 1.1-1.3g/cm<sup>3</sup>;
- (2) 承压强度大于 52MPa;
- (3) 该堵剂在储层温度条件下 48 小时内失去力学强度，最终降解时间为 168 小时 (60°C 无氧自然降解);
- (4) 适宜温度 30°C 至 90°C 的储层。

### 10       应用例

本应用例提供了暂堵剂在长庆油田油井暂堵压裂中的应用，其包括以下步骤：

- 1、试验井 1, G125-164, 暂堵剂加注条件: 施工排量为 2.0m<sup>3</sup>/min, 砂比为 227kg/m<sup>3</sup>, 加暂堵剂 (实施例 1) 量为 150kg, 暂堵剂加入速度为 20-50kg/min; 该 G125-164 油井施工曲线图如图 1 所示, 从图 1 中可以看出, 暂堵剂过射孔孔眼后, 井口施工压力  
15       由 28MPa 上升到 40MPa, 上升了 12MPa (所用暂堵剂过射孔孔眼后, 其在地层裂缝中聚集, 限流引起静压力升高), 从压力上升可以判断措施过程有裂缝转向。

- 2、试验井 2, G123-162, 暂堵剂加注条件: 施工排量为 2.0m<sup>3</sup>/min, 砂比为 180kg/m<sup>3</sup>, 加暂堵剂 (实施例 1) 量为 200kg, 暂堵剂加入速度为 20-50kg/min, 该 G123-162 油井施工曲线图如图 2 所示, 从图 2 中可以看出, 暂堵剂过射孔孔眼后, 井口施工压力  
20       由 34.5MPa 上升到 37.5MPa, 上升了 3MPa。

采用该暂堵剂在长庆油田完成 13 口井的现场试验, 试验结果表明: 措施初期单井产量由 0.97t 提高至 2.62t, 平均单井日增油 1.65t, 目前措施井平均单井产量为 2.02t, 目前措施有效率为 92.3%, 累计增油 2331.11 吨。

- 25       以上仅为本发明的较佳实施例, 并非仅限于本发明的实施范围, 凡依本发明专利范围的内容所做的等效变化和修饰, 都应为本发明的技术范畴。

## 权利要求书

1. 一种暂堵剂，其特征在于，以该暂堵剂的总重量为 100wt% 计，其包括 60wt%-85wt% 的聚乳酸，5wt%-20wt% 的淀粉，5wt%-10wt% 的聚己内酯，2wt%-5wt% 的增溶剂，2wt%-5wt% 的增韧剂。
2. 根据权利要求 1 所述的暂堵剂，其特征在于，所述淀粉和聚己内酯的重量比为 1:1-2:1。
3. 根据权利要求 1 所述的暂堵剂，其特征在于，所述聚乳酸的分子量为 900-1100 万，熔点为 175°C，拉伸强度大于 70MPa。
4. 根据权利要求 1 所述的暂堵剂，其特征在于，所述淀粉为可溶性淀粉。
5. 根据权利要求 4 所述的暂堵剂，其特征在于，所述可溶性淀粉包括玉米淀粉、大米淀粉、小米淀粉、木薯淀粉及马铃薯淀粉中的一种或几种的组合。
6. 根据权利要求 1 所述的暂堵剂，其特征在于，所述增韧剂包括丁苯橡胶、聚丁二酸丁二醇酯、聚己二酸丁二醇酯、甲壳素及壳聚糖中的一种。
7. 根据权利要求 1 所述的暂堵剂，其特征在于，所述增溶剂包括甘油、水、聚乙烯醇、聚乙二醇及钛酸四丁酯中的一种。
8. 根据权利要求 1-7 任一项所述的暂堵剂，其特征在于，该暂堵剂颗粒的粒径为 1-4mm。
9. 根据权利要求 1-7 任一项所述的暂堵剂，其特征在于，该暂堵剂颗粒的密度为 1.1-1.3g/cm<sup>3</sup>，承压强度大于 52MPa。
10. 权利要求 1-9 任一项所述暂堵剂的制备方法，其包括以下步骤：  
将聚乳酸、增溶剂、增韧剂、淀粉及聚己内酯共混后，再经挤塑成型，得到所述暂堵剂。
11. 根据权利要求 10 所述的制备方法，其特征在于，该制备方法具体包括以下步骤：将聚乳酸、增溶剂、增韧剂、淀粉及聚己内酯进行共混，得到混合料；再将该混合料注入双螺杆挤出机进行挤塑成型，得到所述暂堵剂；  
其中，所述双螺杆挤出机挤出温度为 140-160°C，螺杆转速为 100-300 r/min。
12. 权利要求 1-9 任一项所述暂堵剂在油田油井或气井暂堵压裂中的应用。
13. 根据权利要求 12 所述的应用，其特征在于，所述油田的储层的温度为

30-90°C。

14. 根据权利要求 12 或 13 所述的应用, 其特征在于, 所述暂堵剂的加注条件为:  
施工排量 2-4m<sup>3</sup>/min, 砂比 180-327kg/m<sup>3</sup>, 单级加暂堵剂量 100-200kg, 暂堵剂加入速度 20-50kg/min。

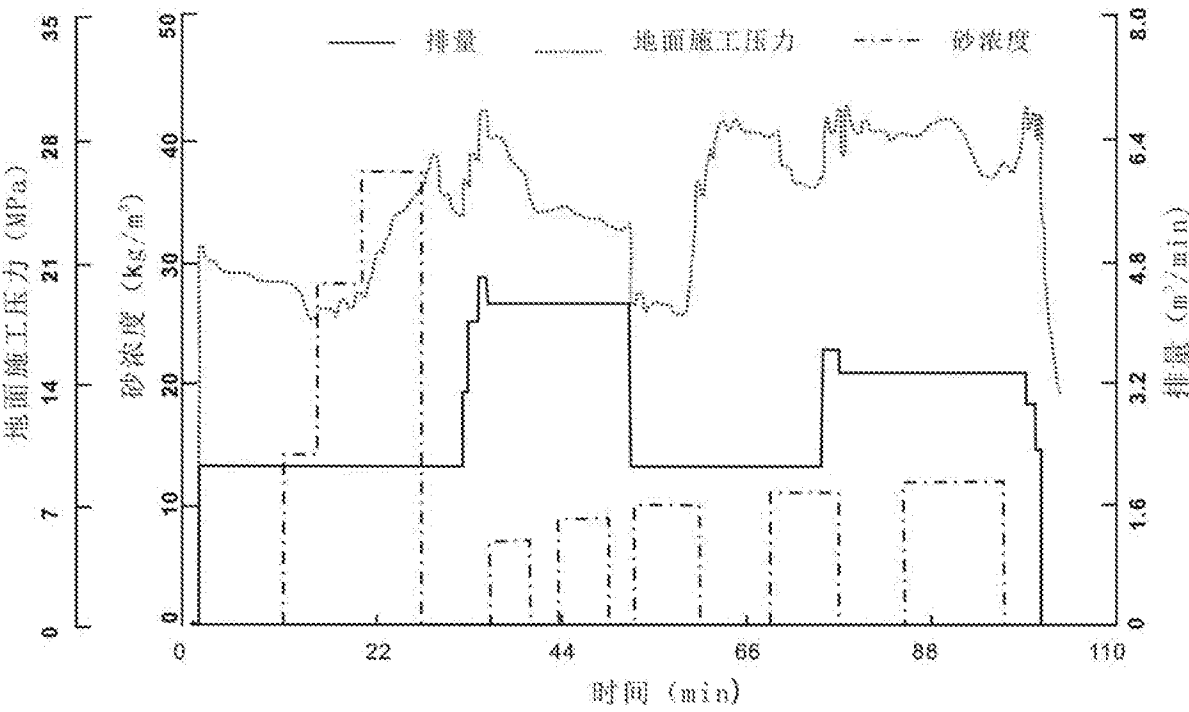


图 1

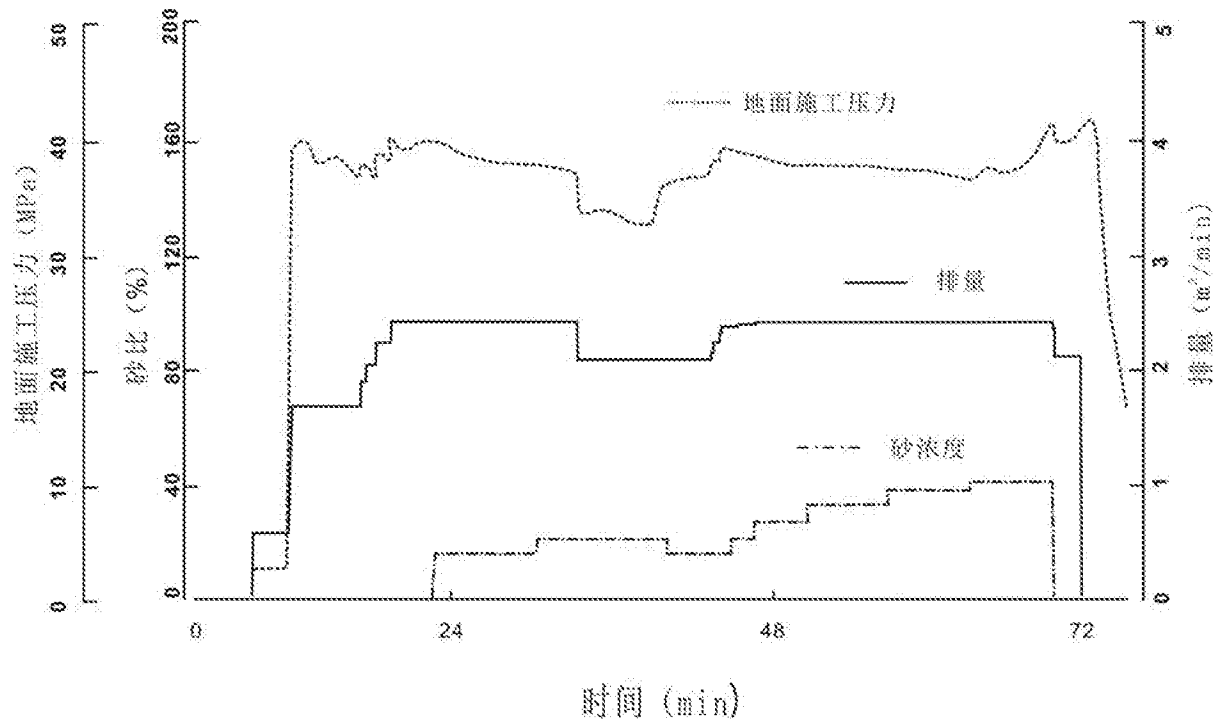


图 2

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/CN2017/108470

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K 8/508 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K 8, E21B, C09K7

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS, CNTXT, CNKI, VEN, 暂堵剂, 封堵, 聚乳酸, 聚丙烯交酯, PLA, 淀粉, 聚己内酯, 增溶剂, 增稠剂, polyactide, polyactic acid, starch, polycaprolactone, temporary blocking agent, plugging agent, blocking agent, solubilizer

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                        | Relevant to claim No. |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| A         | CN 104712303 A (SCHLUMBERGER TECHNOLOGY CORPORATION), 17 June 2015 (17.06.2015), see claims, and description, paragraphs 0069-0089        | 1-14                  |
| A         | CN 103930515 A (HALLIBURTON ENERGY SERVICES, INC.), 16 July 2014 (16.07.2014), see claims, and description, paragraphs 0007 and 0020-0031 | 1-14                  |
| A         | CN 105907059 A (HARBIN INSTITUTE OF TECHNOLOGY), 31 August 2016 (31.08.2016), see entire document                                         | 1-14                  |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

|                                                                                                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                                  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| * Special categories of cited documents:                                                                                                                                | “T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention                                              |
| “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance                                                                | “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone                                                                     |
| “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date                                                                               | “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art |
| “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) | “&” document member of the same patent family                                                                                                                                                                                                    |
| “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means                                                                                            |                                                                                                                                                                                                                                                  |
| “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                                  |

|                                                                                                                                                                                                               |                                                                        |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|
| Date of the actual completion of the international search<br>16 January 2018                                                                                                                                  | Date of mailing of the international search report<br>05 February 2018 |
| Name and mailing address of the ISA<br>State Intellectual Property Office of the P. R. China<br>No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao<br>Haidian District, Beijing 100088, China<br>Facsimile No. (86-10) 62019451 | Authorized officer<br>YUAN, Shuai<br>Telephone No. (86-10) 62084554    |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.  
PCT/CN2017/108470

| Patent Documents referred<br>in the Report | Publication Date | Patent Family      | Publication Date |
|--------------------------------------------|------------------|--------------------|------------------|
| CN 104712303 A                             | 17 June 2015     | NO 20141396 A      | 12 June 2015     |
|                                            |                  | US 9410394 B2      | 09 August 2016   |
|                                            |                  | AU 2014262292 A1   | 25 June 2015     |
|                                            |                  | MX 2014015145 A    | 14 August 2015   |
|                                            |                  | AU 2014262292 B2   | 25 August 2016   |
|                                            |                  | NO 20141396 A1     | 12 June 2015     |
|                                            |                  | AR 098688 A1       | 08 June 2016     |
|                                            |                  | BR 102014031070 A2 | 01 March 2016    |
|                                            |                  | CA 2874296 A1      | 11 June 2015     |
|                                            |                  | US 2015159465 A1   | 11 June 2015     |
|                                            |                  | RU 2014150019 A    | 10 July 2016     |
|                                            |                  | AU 2012346468 A1   | 15 May 2014      |
|                                            |                  | US 2013133887 A1   | 30 May 2013      |
| CN 103930515 A                             | 16 July 2014     | CA 2853629 C       | 29 November 2016 |
|                                            |                  | CA 2853629 A1      | 06 June 2013     |
|                                            |                  | BR 112014012559 A2 | 13 June 2017     |
|                                            |                  | RU 2578696 C1      | 27 March 2016    |
|                                            |                  | MX 2014005521 A    | 11 July 2014     |
|                                            |                  | EP 2785813 A1      | 08 October 2014  |
|                                            |                  | WO 2013081727 A1   | 06 June 2013     |
|                                            |                  | US 8720556 B2      | 13 May 2014      |
|                                            |                  | CO 7030952 A2      | 21 August 2014   |
|                                            |                  | AU 2012346468 B2   | 11 December 2014 |
|                                            |                  | CN 105907059 A     | 31 August 2016   |
|                                            |                  | CN 105907059 B     | 01 December 2017 |
|                                            |                  |                    |                  |

## 国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2017/108470

| <b>A. 主题的分类</b><br>C09K 8/508 (2006.01) i<br><br>按照国际专利分类 (IPC) 或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                                                                           |                                            |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|------|-------------------|---------|---|------------------------------------------------------------------------------------------|------|---|-------------------------------------------------------------------------------------------|------|---|----------------------------------------------------------------|------|
| <b>B. 检索领域</b><br>检索的最低限度文献 (标明分类系统和分类号)<br>C09K8, E21B, C09K7<br><br>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献<br><br>在国际检索时查阅的电子数据库 (数据库的名称, 和使用的检索词 (如使用))<br>CNABS, CNTXT, CNKI, VEN, 暂堵剂, 封堵, 聚乳酸, 聚丙烯酯, PLA, 淀粉, 聚己内酯, 增溶剂, 增韧剂, polyactide, polyactic acid, starch, polycaprolactone, temporary blocking agent, plugging agent, blocking agent, solubilizer                                                                                                                                                                                              |                                                                                           |                                            |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| <b>C. 相关文件</b> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类 型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>CN 104712303 A (普拉德研究及开发股份有限公司) 2015年 6月 17日 (2015 - 06 - 17)<br/>参见权利要求书, 说明书第0069-0089段</td> <td>1-14</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 103930515 A (哈利伯顿能源服务公司) 2014年 7月 16日 (2014 - 07 - 16)<br/>参见权利要求书, 说明书0007, 0020-0031段</td> <td>1-14</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 105907059 A (哈尔滨工业大学) 2016年 8月 31日 (2016 - 08 - 31)<br/>参见全文</td> <td>1-14</td> </tr> </tbody> </table> |                                                                                           |                                            | 类 型* | 引用文件, 必要时, 指明相关段落 | 相关的权利要求 | A | CN 104712303 A (普拉德研究及开发股份有限公司) 2015年 6月 17日 (2015 - 06 - 17)<br>参见权利要求书, 说明书第0069-0089段 | 1-14 | A | CN 103930515 A (哈利伯顿能源服务公司) 2014年 7月 16日 (2014 - 07 - 16)<br>参见权利要求书, 说明书0007, 0020-0031段 | 1-14 | A | CN 105907059 A (哈尔滨工业大学) 2016年 8月 31日 (2016 - 08 - 31)<br>参见全文 | 1-14 |
| 类 型*                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 引用文件, 必要时, 指明相关段落                                                                         | 相关的权利要求                                    |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | CN 104712303 A (普拉德研究及开发股份有限公司) 2015年 6月 17日 (2015 - 06 - 17)<br>参见权利要求书, 说明书第0069-0089段  | 1-14                                       |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | CN 103930515 A (哈利伯顿能源服务公司) 2014年 7月 16日 (2014 - 07 - 16)<br>参见权利要求书, 说明书0007, 0020-0031段 | 1-14                                       |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | CN 105907059 A (哈尔滨工业大学) 2016年 8月 31日 (2016 - 08 - 31)<br>参见全文                            | 1-14                                       |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| <input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。 <input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                                                                           |                                            |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| * 引用文件的具体类型:<br>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件<br>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利<br>“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)<br>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件<br>“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件<br>“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件<br>“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性<br>“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性<br>“&” 同族专利的文件                                                                                                                                             |                                                                                           |                                            |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| 国际检索实际完成的日期<br><br>2018年 1月 16日                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                                                           | 国际检索报告邮寄日期<br><br>2018年 2月 5日              |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |
| ISA/CN的名称和邮寄地址<br>中华人民共和国国家知识产权局 (ISA/CN)<br>中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088<br>传真号 (86-10)62019451                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                                                                           | 受权官员<br><br>袁帅<br><br>电话号码 (86-10)62084554 |      |                   |         |   |                                                                                          |      |   |                                                                                           |      |   |                                                                |      |

国际检索报告  
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2017/108470

| 检索报告引用的专利文件 |           |   | 公布日<br>(年/月/日) | 同族专利 |              |    | 公布日<br>(年/月/日) |
|-------------|-----------|---|----------------|------|--------------|----|----------------|
| CN          | 104712303 | A | 2015年 6月 17日   | NO   | 20141396     | A  | 2015年 6月 12日   |
|             |           |   |                | US   | 9410394      | B2 | 2016年 8月 9日    |
|             |           |   |                | AU   | 2014262292   | A1 | 2015年 6月 25日   |
|             |           |   |                | MX   | 2014015145   | A  | 2015年 8月 14日   |
|             |           |   |                | AU   | 2014262292   | B2 | 2016年 8月 25日   |
|             |           |   |                | NO   | 20141396     | A1 | 2015年 6月 12日   |
|             |           |   |                | AR   | 098688       | A1 | 2016年 6月 8日    |
|             |           |   |                | BR   | 102014031070 | A2 | 2016年 3月 1日    |
|             |           |   |                | CA   | 2874296      | A1 | 2015年 6月 11日   |
|             |           |   |                | US   | 2015159465   | A1 | 2015年 6月 11日   |
|             |           |   |                | RU   | 2014150019   | A  | 2016年 7月 10日   |
| CN          | 103930515 | A | 2014年 7月 16日   | AU   | 2012346468   | A1 | 2014年 5月 15日   |
|             |           |   |                | US   | 2013133887   | A1 | 2013年 5月 30日   |
|             |           |   |                | CA   | 2853629      | C  | 2016年 11月 29日  |
|             |           |   |                | CA   | 2853629      | A1 | 2013年 6月 6日    |
|             |           |   |                | BR   | 112014012559 | A2 | 2017年 6月 13日   |
|             |           |   |                | RU   | 2578696      | C1 | 2016年 3月 27日   |
|             |           |   |                | MX   | 2014005521   | A  | 2014年 7月 11日   |
|             |           |   |                | EP   | 2785813      | A1 | 2014年 10月 8日   |
|             |           |   |                | WO   | 2013081727   | A1 | 2013年 6月 6日    |
|             |           |   |                | US   | 8720556      | B2 | 2014年 5月 13日   |
|             |           |   |                | CO   | 7030952      | A2 | 2014年 8月 21日   |
|             |           |   |                | AU   | 2012346468   | B2 | 2014年 12月 11日  |
|             |           |   |                | CN   | 105907059    | B  | 2017年 12月 1日   |