(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
2025 年 6 月 26 日 (26.06.2025)

WIPO | PCT

(10) 国际公布号
WO 2025/130809 A1

(51) 国际专利分类号:
C09K 8/42 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2024/139559

(22) 国际申请日: 2024 年 12 月 16 日 (16.12.2024)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
202311791338.9 2023年12月22日 (22.12.2023) CN

(71) 申请人: 中国石油天然气集团有限公司 (**CHINA NATIONAL PETROLEUM CORPORATION**) [CN/CN]; 中国北京市东城区东直门北大街 9 号 100007 (CN)。 中国石油集团川庆钻探工程有限公司(**CNPC CHUANQING DRILLING ENGINEERING COMPANY LIMITED**) [CN/CN]; 中国四川省成都市成华区猛追湾街6号 610051 (CN)。

(72) 发明人: 刘伟(**LIU, Wei**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 张小平(**ZHANG, Xiaoping**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 杨晓峰(**YANG, Xiaofeng**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 王京光(**WANG, Jingguang**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 黎金明(**LI, Jinming**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 贾俊(**JIA, Jun**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 蔺文洁(**LIN, Wenjie**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 王路路(**WANG, Lulu**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 赵向阳(**ZHAO, Xiangyang**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。 曲先伟(**QU, Xianwei**); 中国北京市西城区六铺炕街六号316室 100724 (CN)。

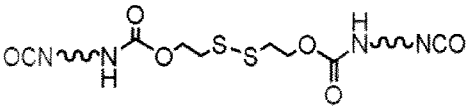
(74) 代理人: 北京三友知识产权代理有限公司 (**BEIJING SANYOU INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY LTD.**); 中国北京市西城区金融街35号国际企业大厦A座16层 100033 (CN)。

(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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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,

(54) **Title:** CHEMICALLY BONDED LOST CIRCULATION ADDITIVE, COMPOSITE LOST CIRCULATION ADDITIVE COMPRISING SAME, DRILLING FLUID, AND USE THEREOF IN DRILLING ENGINEERING

(54) 发明名称: 化学粘接堵漏剂及包含其的复合堵漏剂、钻井液与其在钻井工程中的应用



(I)

(57) **Abstract:** The present invention provides a chemically bonded lost circulation additive, a composite lost circulation additive comprising same, a drilling fluid, and a use thereof in drilling engineering. The chemically bonded lost circulation additive comprises a core layer and an inorganic material coated on the outer surface of the core layer, wherein the material of the core layer has a structure as shown in formula (I). The lost circulation additive of the present application demonstrates a higher success rate of one blockage operation, better pressure-bearing capacity, better compatibility with a drilling fluid, stronger temperature resistance, stronger contamination resistance, and stronger salt tolerance.

(57) 摘要: 本发明提供了一种化学粘接堵漏剂及包含其的复合堵漏剂、钻井液与其在钻井工程中的应用。该化学粘接堵漏剂包括核层以及包覆在核层外表面上的无机材料；核层的材料具有式(I)所示结构。本发明的堵漏剂一次封堵成功率更高、承压能力更好、钻井液配伍性更优、抗温能力更强、抗污染性能强、抗盐能力强。

WO 2025/130809 A1

[见续页]

HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, 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))。

化学粘接堵漏剂及包含其的复合堵漏剂、钻井液与其在钻井工程中的应用

交叉引用信息

本申请要求于 2023 年 12 月 22 日提交中国专利局、申请号为 202311791338.9、发明名称为“堵漏剂及包含其的复合堵漏剂、钻井液与其在钻井工程中的应用”的中国专利申请的优先权，其全部内容通过引用结合在本申请中。

技术领域

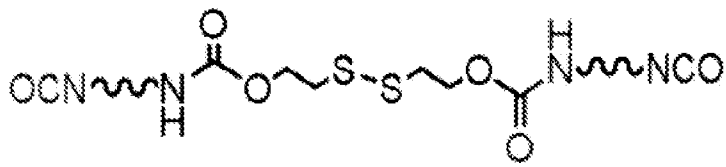
本发明属于涉及油田化学品开发技术领域，更具体的是涉及一种化学粘接堵漏剂及包含其的复合堵漏剂、钻井液与其在钻井工程中的应用。

背景技术

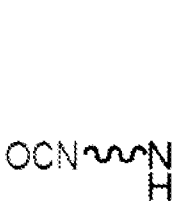
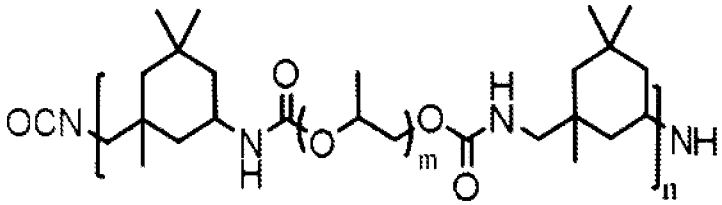
钻井液漏失是钻井工程的世界性技术难题，目前桥接堵漏材料是现场最常用的堵漏剂。桥接堵漏材料包括颗粒状、片状和纤维状的果壳、碳酸钙、纤维、云母等，依靠大颗粒架桥、小颗粒填充封堵，以阻止钻井液漏失。但是，仅仅依靠物理作用堆积封堵，承压能力弱，一次性堵漏成功率低。

发明内容

为了改善上述问题，根据本发明的一个方面，提供了一种化学粘接堵漏剂，其包括核层以及包覆在核层外表面上的无机材料；核层的材料具有式I所示结构：



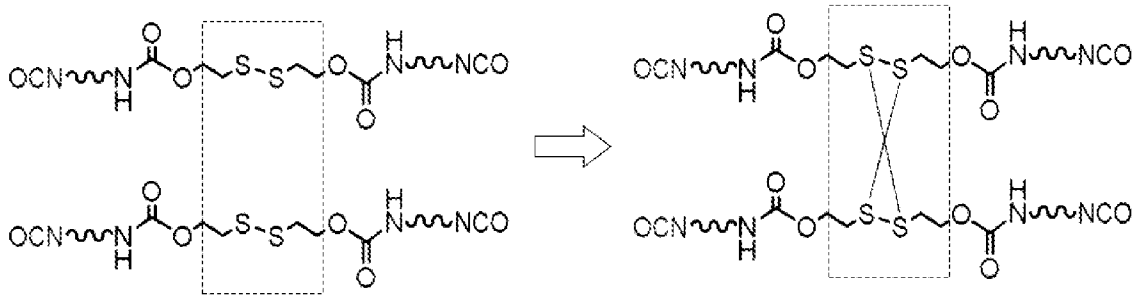
式I

式I中，表示；

核层的材料的数均分子量为 20000~35000，m、n 的数值满足核层的材料的数均分子量范围即可，不做特殊限定，例如 m 表示 10~14，n 表示 12~20。

首先，本发明堵漏剂中的核层材料具有强有力的化学粘接效应，在后续堵漏应用时，堵漏剂中的无机材料后续应用时分散在钻井液（油基钻井液和水基钻井液都可以，加入到钻井液中，由于钻井液有粘度，可以使其分散）中得以使核层材料裸露并互相接触在地层高温（≥50℃）挤压条件下发生化学粘接形成整体凝胶，可以更高效地得到强度更

高、承压能力更佳且韧性更好的封堵层。上述化学粘接的原理如下所示：



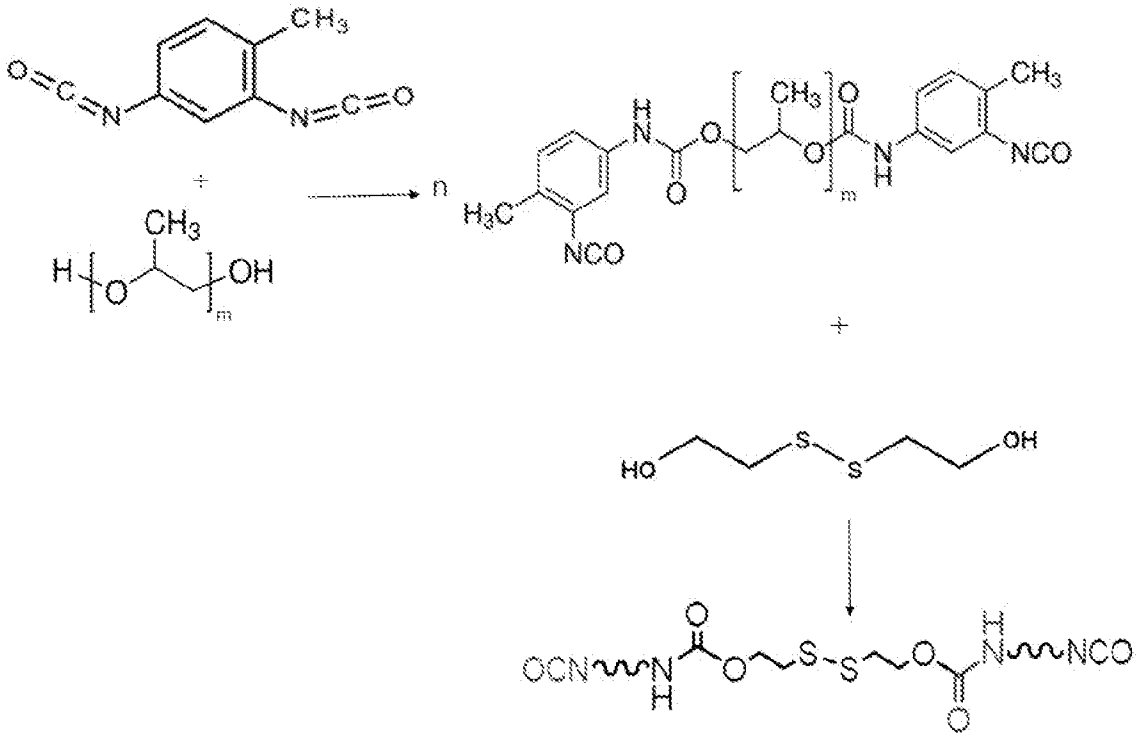
基于此，本发明不仅可以大幅度提高堵漏成功率，优化堵漏效率，克服了传统桥接堵漏剂仅靠物理堆积作用而导致一次封堵成功率低的问题；还提高了堵漏体系的承压能力，克服了传统桥接堵漏剂仅靠物理堆积作用而导致承压能力弱的弊端。同时，本发明上述堵漏剂还具有以下优异性能：较好的抗高温性，在高温井下作业中仍然具有稳定的性能；良好的钻井液配伍性，与市场水基和油基钻井液体系配伍性都好，应用性更优；较强的抗污染能力；以及较强的抗盐能力。

其次，本发明堵漏剂中的核层材料外表面包覆有无机材料，这有效防止了核层材料在贮存和运输过程中发生粘接，更方便贮存和运输；现场施工可直接在配浆罐中配制，无需批棍撬设备，施工简便，所需设备投入少，劳动强度低，综合成本低，便于大规模推广应用，工业化应用前景更好。而且，无机材料在后续堵漏应用时，即可分散在钻井液中得以使核层材料裸露并互相接触。

进一步地，无机材料和核层的重量比为 2~4：1；优选地，无机材料和核层的重量比为 2~3：1。无机材料选自碳酸钙、碳酸镁、膨润土或滑石粉中的一种或多种。在一种可选的实施方式中，将核层的材料和无机材料混合搅拌以使无机材料包覆（物理包覆）在核层的外表面上。

在一种优选的实施方式中，核层的材料具有颗粒状，粒度为 8~40 目（例如可以为 8~10 目、10~20 目、20~40 目）；无机材料具有颗粒状，粒度为 1800~2200 目（优选粒度为 2000 目）。堵漏剂材料在上述范围内，更易进入漏层，自适应性好；且可以随钻或段塞堵漏，操作简单，并在后续堆积粘接成固结体，实现较高承压强度。

进一步地，核层的材料由聚丙二醇、甲苯二异氰酸酯和双(2-羟乙基)二硫醚经聚合、固化得到。合成路线如下所示：



以聚丙二醇、甲苯二异氰酸酯和双(2-羟乙基)二硫醚作为核层材料的制备原料，可以进一步提高堵漏剂的拉伸强度、断裂伸长率以及化学粘接效率。

进一步地，核层的材料通过以下制备方法制备得到：在 40~70℃温度条件下，先将所述聚丙二醇和所述甲苯二异氰酸酯混合反应 10~40min，再向体系中加入所述双(2-羟乙基)二硫醚反应 10~40min。

进一步地，固化的温度为 70~100℃、时间为 5~16h。

在一种优选的实施方式中，核层的材料通过以下制备方法制备得到：在 40~50℃温度条件下，先将聚丙二醇和甲苯二异氰酸酯混合搅拌 10~20min，再向体系中加入双(2-羟乙基)二硫醚聚合反应 15~25min，并将聚合反应产物在 80~90℃温度条件下固化 6~12h，得到核层的材料。由此得到的堵漏剂具有更优异的抗高温性能、抗盐性能及力学强度性能。

为了改善上述问题，根据本发明的另一个方面，提供了一种复合堵漏剂，其包括粒度为 10~20 目的堵漏剂 A、粒度为 20~40 目的堵漏剂 B 以及可选的粒度为 8~10 目的堵漏剂 C；堵漏剂 A、堵漏剂 B 以及堵漏剂 C 各自独立地选自前述的堵漏剂；堵漏剂 A、堵漏剂 B 以及堵漏剂 C 的重量比为 1~2：1：1~2。

在此说明的是，10~20 目的堵漏剂 A 是指这些颗粒能从 10 目的网孔漏过而不能从 20 目的网孔漏过；20~40 目的堵漏剂 B 是指这些颗粒能从 20 目的网孔漏过而不能从 40 目的网孔漏过；8~10 目的堵漏剂 C 是指这些颗粒能从 8 目的网孔漏过而不能从 10 目的

网孔漏过。

基于前文的各项原因，本发明的堵漏剂一次封堵成功率更高、承压能力更好、钻井液配伍性更优、抗温能力更强、抗污染性能强、抗盐能力强。由此复配得到的复合堵漏剂在裂缝中可实现“架桥-填充-粘接-封堵”作用，堵漏防漏效果更佳。

进一步地，堵漏剂 A、堵漏剂 B 和堵漏剂 C 的重量比为 1.5~2：1：1~1.5。

为了改善上述问题，根据本发明的另一个方面，提供了一种钻井液，其包括前述的堵漏剂，或者前述的复合堵漏剂。

基于前文的各项原因，本发明的钻井液随钻防漏或停钻堵漏，可以有效解决裂缝性或孔隙型漏失技术难题。

为了改善上述问题，根据本发明的另一个方面，提供了一种前述的堵漏剂、或者前述的复合堵漏剂在钻井工程中的应用。基于前文的各项原因，本发明的堵漏剂及复合堵漏剂可广泛应用在钻井液防漏堵漏领域，随钻防漏或停钻堵漏，解决裂缝性或孔隙型漏失技术难题；还可广泛应用解决破碎地层井壁失稳问题，通过化学粘接进行固壁作业。

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，现对本发明的技术方案进行以下详细说明，但不能理解为对本发明的可实施范围的限定。

原料来源：

聚丙二醇	CAS 号：25322-69-4
甲苯二异氰酸酯	CAS 号：26471-62-5
双(2-羟乙基)二硫醚	CAS 号：1892-29-1
碳酸钙（2000 目、800 目）	郑州东方助剂有限公司
膨润土浆	郑州东方助剂有限公司
黄原胶	郑州东方助剂有限公司
低粘羧甲基纤维素钠	郑州东方助剂有限公司
核桃壳（10~20、20~40 目）	郑州东方助剂有限公司

实施例 1

烧杯中加入聚丙二醇 50g，加热至 45℃并开始搅拌，然后加入甲苯二异氰酸酯 5g，搅拌 15min。然后加入 3g 的双(2-羟乙基)二硫醚，继续搅拌 20min，得到产物体系。然后将上述产物体系放在 80℃烘箱中，加热 6h，取出冷却至室温后，得到目标产物（数均分子量为 32000）。

将目标产物剪切、并筛分成粒度在 8~10 目之间、10~20 目之间、20~40 目之间的不同粒径的颗粒，并分别在 2000 目超细碳酸钙中搅拌均匀，然后继续筛分，得到粒度在 8~10 目之间的堵漏剂 C1、粒度在 10~20 目之间的堵漏剂 A1 以及粒度在 20~40 目之间的堵漏剂 B1。堵漏剂 A1 中，无机材料和核层的重量比为 2.2：1；堵漏剂 B1 中，无机材料和核层的重量比为 2.2：1；堵漏剂 C1 中，无机材料和核层的重量比为 2.2：1。

性能评价：

（一）钻井液配伍性评价

分别将实施例 1 中不同目数的堵漏剂加入到钻井液基浆中，150℃/16h 滚动老化后，测试钻井液流变性和滤失性能。其中，钻井液基浆的配方为：4wt%膨润土浆+0.2wt%黄原胶+0.2wt%低粘羧甲基纤维素钠+95.6wt%水。钻井液体系配方及评价结果见表 1 所示。

表 1

钻井液体系	状态	表观黏度 AV/mPa·s	塑性黏度 PV/mPa·s	动切力 YP/Pa	滤失量 FL_{API}/mL
钻井液基浆	老化前	30	20	10	4.2
	老化后	28	14	14	4.8
钻井液基浆+2wt%堵漏剂 C1（8~10 目）+1wt%堵漏剂 A1（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B1（20~40 目）	老化前	30	21	9	4.4
	老化后	29	15	14	4.6

注：表 1 中堵漏剂的重量含量是指物料占钻井液基浆的重量比。例如，2wt%堵漏剂 C1（8~10 目）是指堵漏剂 C1（8~10 目）的用量为钻井液基浆重量的 2wt%。

通过配伍性实验得出，本发明上述堵漏剂不影响钻井液流变性和滤失性，配伍性良好，可直接加入钻井液中堵漏使用。

（二）粘接强度评价

将实施例 1 中的产物体系在固化过程中浇筑模具，制备成长 10cm，宽 1cm，厚度 5mm 的长方体状，然后用剪刀从中间剪断，然后剪断处拼接在一起，放在 80℃烘箱中静置 6h，然后放在万能试验机上测试抗拉强度，对比剪断前后的抗拉强度，见表 2 所示。

表 2

状态	抗拉强度/kPa
剪断前	754.2

剪断后	750.6

通过剪断前后粘接强度对比实验得出，本发明上述堵漏剂剪断后再进行粘接，粘接后的抗拉强度基本和剪断前持平，粘接性能良好，在漏层中颗粒会紧密粘接在一起，实现堵漏效果。

（三）封堵承压强度测试

将实施例 1 得到的不同目数的堵漏剂，加入到钻井液基浆中，然后利用裂缝封堵装置（温度设置为 120℃，实验过程封堵裂缝就是挤压状态）测试封堵承压强度。其中，钻井液基浆的配方为：4wt%膨润土浆+0.2wt%黄原胶+0.2wt%低粘羧甲基纤维素钠+95.6wt%水。钻井液配方及评价结果见表 3 所示。

表 3

钻井液配方	裂缝开度/mm	承压能力/MPa
钻井液基浆+1wt%堵漏剂 A1（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B1（20~40 目）+2wt%超细碳酸钙（800 目）	1	8.0
钻井液基浆+1wt%核桃壳（10~20 目）+2wt%核桃壳（20~40 目）+2wt%核桃壳（800 目）	1	3.0
钻井液基浆+2wt%堵漏剂 C1（8~10 目）+1wt%堵漏剂 A1（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B1（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目）	3	8.0
钻井液基浆+2wt%核桃壳（8~10 目）+1wt%核桃壳（10~20 目）+2wt%核桃壳（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目）	3	2.5

注：表 3 中堵漏剂的重量含量是指物料占钻井液基浆的重量比。例如，2wt%堵漏剂 C1（8~10 目）是指堵漏剂 C1（8~10 目）的用量为钻井液基浆重量的 2wt%。

通过测试结果可知，本发明上述堵漏剂在 1mm 和 3mm 裂缝开度能达到 8MPa 的承压强度，但是传统的核桃壳堵漏剂仅能达到 2.5-3MPa 的承压强度，本发明上述堵漏剂承压效果优异。

实施例 2

烧杯中加入聚丙二醇 60g，加热至 45℃并开始搅拌，然后加入甲苯二异氰酸酯 8g，搅拌 15min。然后加入 5g 的双(2-羟乙基)二硫醚，继续搅拌 20min，然后将上述混合物

放在 90℃烘箱中，加热 6h，取出冷却至室温后，得到目标产物（数均分子量为 30000）。

将目标产物剪切、并筛分成粒度在 8~10 目之间、10~20 目之间、20~40 目之间的不同粒径的颗粒，并分别在 2000 目超细碳酸钙中搅拌均匀，然后继续筛分，得到粒度在 8~10 目之间的堵漏剂 C2、粒度在 10~20 目之间的堵漏剂 A2 以及粒度在 20~40 目之间的堵漏剂 B2。

堵漏剂 A2 中，无机材料和核层的重量比为 2.5：1；堵漏剂 B2 中，无机材料和核层的重量比为 2.5：1；堵漏剂 C2 中，无机材料和核层的重量比为 2.5：1。

性能评价：

（一）钻井液配伍性评价

分别将实施例 2 中不同目数的堵漏剂加入到钻井液基浆中，150℃/16h 滚动老化后，测试钻井液流变性和滤失性能。其中，钻井液基浆的配方为：4wt%膨润土浆+0.2wt%黄原胶+0.2wt%低粘羧甲基纤维素钠+95.6wt%水。钻井液体系配方及评价结果见表 4。

表 4

钻井液体系	状态	表观黏度 AV/mPa·s	塑性黏度 PV/mPa·s	动切力 YP/Pa	滤失量 FL_{API}/mL
钻井液基浆	老化前	30	20	10	4.2
	老化后	28	14	14	4.8
钻井液基浆+2wt%堵漏剂 C2（8~10 目）+1wt%堵漏剂 A2（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B2（20~40 目）	老化前	29	20	9	4.2
	老化后	29	14	15	4.4

注：表 4 中堵漏剂的重量含量是指物料占钻井液基浆的重量比。例如，2wt%堵漏剂 C2（8~10 目）是指堵漏剂 C2（8~10 目）的用量为钻井液基浆重量的 2wt%。

通过配伍性实验得出，堵漏剂不影响钻井液流变性和滤失性，配伍性良好，可直接加入钻井液中堵漏使用。

（二）粘接强度评价

将实施例 2 中的产物体系在固化过程中浇筑模具，备成长 10cm，宽 1cm，厚度 5mm 的长方体状，然后用剪刀从中间剪断，然后剪断处拼接在一起，放在 90℃烘箱中静置 6h，然后放在万能试验机上测试抗拉强度，对比剪断前后的抗拉强度，见表 5 所示。

表 5

状态	抗拉强度/kPa
剪断前	810.0
剪断后	806.8

通过剪断前后粘接强度对比实验得出，堵漏剂剪断后再进行粘接，粘接后的抗拉强度基本和剪断前持平，粘接性能良好，在漏层中颗粒会紧密粘接在一起，实现堵漏效果。

（三）封堵承压强度测试

将实施例 2 得到的不同目数的堵漏剂，加入到钻井液基浆中，然后利用裂缝封堵装置（温度设置为 120℃，实验过程封堵裂缝就是挤压状态）测试封堵承压强度。其中，钻井液基浆的配方为：4wt%膨润土浆+0.2wt%黄原胶+0.2wt%低粘羧甲基纤维素钠+95.6wt%水。钻井液配方及评价结果见表 6 所示。

表 6

堵漏配方	裂缝开度 /mm	承压能力 /MPa
钻井液基浆+1wt%堵漏剂 A2（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B2（20~40 目）+2wt%超细碳酸钙（800 目）	1	8.0
钻井液基浆+1wt%核桃壳（10~20 目）+2wt%核桃壳（20~40 目）+2wt%核桃壳（800 目）	1	3.0
钻井液基浆+2wt%堵漏剂 C2（8~10 目）+1wt%堵漏剂 A2（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B2（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目）	3	8.0
钻井液基浆+2wt%核桃壳（8~10 目）+1wt%核桃壳（10~20 目）+2wt%核桃壳（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目）	3	2.5

注：表 6 中堵漏剂的重量含量是指物料占钻井液基浆的重量比。例如，2wt%堵漏剂 C2（8~10 目）是指堵漏剂 C2（8~10 目）的用量为钻井液基浆重量的 2wt%。

通过测试结果可知，本发明上述堵漏剂在 1 和 3mm 裂缝开度能形成 8MPa 的承压强度，但是传统的核桃壳堵漏剂仅为 2.5-3MPa 的压力，堵漏剂承压效果优异。

实施例 3

烧杯中加入聚丙二醇 62g，加热至 45℃并开始搅拌，然后加入甲苯二异氰酸酯 8.2g，

搅拌 15min。然后加入 5.2g 的双(2-羟乙基)二硫醚，继续搅拌 20min，然后将上述混合物放在 90℃烘箱中，加热 6h，取出冷却至室温后，得到目标产物（数均分子量为 33000）。

将目标产物剪切、并筛分成粒度在 8~10 目之间、10~20 目之间、20~40 目之间的不同粒径的颗粒，并分别在 2000 目超细碳酸钙中搅拌均匀，然后继续筛分，得到粒度在 8~10 目之间的堵漏剂 C3、粒度在 10~20 目之间的堵漏剂 A3 以及粒度在 20~40 目之间的堵漏剂 B3。

堵漏剂 A3 中，无机材料和核层的重量比为 2.5：1；堵漏剂 B3 中，无机材料和核层的重量比为 2.5：1；堵漏剂 C3 中，无机材料和核层的重量比为 2.5：1。

性能评价：

（一）钻井液配伍性评价

分别将实施例 3 中不同目数的堵漏剂加入到钻井液基浆中，150℃/16h 滚动老化后，测试钻井液流变性和滤失性能。其中，钻井液基浆的配方为：4wt%膨润土浆+0.2wt%黄原胶+0.2wt%低粘羧甲基纤维素钠+95.6wt%水。钻井液体系配方及评价结果见表 7。

表 7

钻井液体系	状态	表观黏度 AV/mPa·s	塑性黏度 PV/mPa·s	动切力 YP/Pa	滤失量 FL_{API}/mL
钻井液基浆	老化前	30	20	10	4.2
	老化后	28	14	14	4.8
钻井液基浆+2wt%堵漏剂 C3（8~10 目）+1wt%堵漏剂 A3（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B3（20~40 目）	老化前	30	20	10	4.0
	老化后	29	15	14	4.2

注：表 7 中堵漏剂的重量含量是指物料占钻井液基浆的重量比。例如，2wt%堵漏剂 C3（8~10 目）是指堵漏剂 C3（8~10 目）的用量为钻井液基浆重量的 2wt%。

通过配伍性实验得出，堵漏剂不影响钻井液流变性和滤失性，配伍性良好，可直接加入钻井液中堵漏使用。

（二）粘接强度评价

将实施例 3 中的产物体系在固化过程中浇筑模具，备成长 10cm，宽 1cm，厚度 5mm 的长方体状，然后用剪刀从中间剪断，然后剪断处拼接在一起，放在 90℃烘箱中静置

6h，然后放在万能试验机上测试抗拉强度，对比剪断前后的抗拉强度，见表 8 所示。

表 8

状态	抗拉强度/kPa
剪断前	805.0
剪断后	801.2

通过剪断前后粘接强度对比实验得出，堵漏剂剪断后再进行粘接，粘接后的抗拉强度基本和剪断前持平，粘接性能良好，在漏层中颗粒会紧密粘接在一起，实现堵漏效果。

（三）封堵承压强度测试

将实施例 2 得到的不同目数的堵漏剂，加入到钻井液基浆中，然后利用裂缝封堵装置（温度设置为 120℃，实验过程封堵裂缝就是挤压状态）测试封堵承压强度。其中，钻井液基浆的配方为：4wt%膨润土浆+0.2wt%黄原胶+0.2wt%低粘羧甲基纤维素钠+95.6wt%水。钻井液配方及评价结果见表 9 所示。

表 9

堵漏配方	裂缝开度 /mm	承压能力 /MPa
钻井液基浆+1wt%堵漏剂 A3（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B3（20~40 目）+2wt%超细碳酸钙（800 目）	1	8.0
钻井液基浆+1wt%核桃壳（10~20 目）+2wt%核桃壳（20~40 目）+2wt%核桃壳（800 目）	1	3.0
钻井液基浆+2wt%堵漏剂 C3（8~10 目）+1wt%堵漏剂 A3（10~20 目）+2wt%堵漏剂 B3（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目）	3	8.0
钻井液基浆+2wt%核桃壳（8~10 目）+1wt%核桃壳（10~20 目）+2wt%核桃壳（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目）	3	2.5

注：表 8 中堵漏剂的重量含量是指物料占钻井液基浆的重量比。例如，2wt%堵漏剂 C3（8~10 目）是指堵漏剂 C3（8~10 目）的用量为钻井液基浆重量的 2wt%。

通过测试结果可知，本发明上述堵漏剂在 1 和 3mm 裂缝开度能形成 8MPa 的承压强度，但是传统的核桃壳堵漏剂仅为 2.5-3MPa 的压力，堵漏剂承压效果优异。

对比例 1

烧杯中加入聚丙二醇 50g，加热至 45℃并开始搅拌，然后加入甲苯二异氰酸酯 5g，搅拌 15min。然后加入 3g 的己二酸己二酰肼，继续搅拌 20min，得到产物体系。然后将上述产物体系放在 80℃烘箱中，加热 6h，取出冷却至室温后，得到目标产物。将目标产物剪切、并筛分成粒度在 8~10 目之间、10~20 目之间、20~40 目之间的不同粒径的颗粒，并分别在 2000 目超细碳酸钙中搅拌均匀，然后继续筛分，得到粒度在 8~10 目之间的堵漏剂 D、粒度在 10~20 目之间的堵漏剂 E 以及粒度在 20~40 目之间的堵漏剂 F。

堵漏剂 A 中，无机材料和核层的重量比为 1：1；堵漏剂 B 中，无机材料和核层的重量比为 1：1；堵漏剂 C 中，无机材料和核层的重量比为 1：1。

将对比例 1 中的产物体系在固化过程中浇筑模具，制备成长 10cm，宽 1cm，厚度 5mm 的长方体状，然后用剪刀从中间剪断，然后剪断处拼接在一起，放在 80℃烘箱中静置 6h，然后放在万能试验机上测试抗拉强度，剪断后拼接后的抗拉强度仅为 25.2kPa，而本申请实施例 1 中堵漏剂的抗拉强度达到 750.6kPa。

将对比例 1 中堵漏剂加入到钻井液基浆中，然后利用裂缝封堵装置测试封堵承压强度。配方如下：钻井液基浆+2wt%堵漏剂 D（8~10 目）+1wt%堵漏剂 E（10~20 目）+2wt%堵漏剂 F（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目），在 3mm 裂缝开度仅为 3.5MPa 的承压压强，与本申请实施例 1 堵漏剂的承压能力 8MPa 相差较大。酰腙键虽然也具有粘接效应，但该材料在温度≥60℃条件下不能实现粘接，这是由于温度升高共聚物分子链卷曲包埋酰腙键，切口处酰腙键难以发生动态交换，因此无法实现粘接。且对比例 1 中堵漏剂与本申请前述堵漏剂相比不抗高温，在深井漏层中无法实现粘接作用。

对比例 2

烧杯中加入聚丙二醇 50g，加热至 45℃并开始搅拌，然后加入甲苯二异氰酸酯 5g，搅拌 15min。然后加入 3g 的 2,2’-二硫代二苯甲酸，继续搅拌 20min。然后将上述混合物放在 80℃烘箱中，加热 6h，取出冷却至室温后，得到目标产物。

将目标产物剪切、并筛分成粒度在 8~10 目之间、10~20 目之间、20~40 目之间的不同粒径的颗粒，并分别在 2000 目超细碳酸钙中搅拌均匀，然后继续筛分，得到粒度在 8~10 目之间的堵漏剂 M、粒度在 10~20 目之间的堵漏剂 J 以及粒度在 20~40 目之间的堵漏剂 K。

堵漏剂 M 中，无机材料和核层的重量比为 1：1；堵漏剂 J 中，无机材料和核层的重量比为 1：1；堵漏剂 K 中，无机材料和核层的重量比为 1：1。

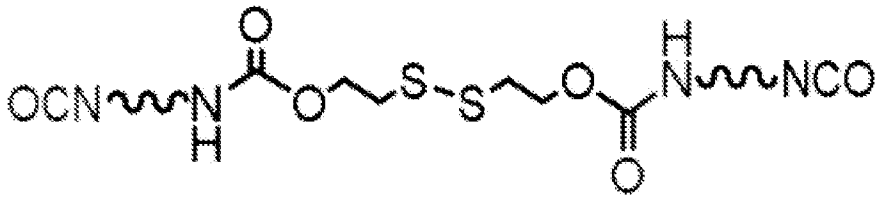
将对比例 2 中的产物体系在固化过程中浇筑模具，制备成长 10cm，宽 1cm，厚度 5mm 的长方体状，然后用剪刀从中间剪断，然后剪断处拼接在一起，放在 80℃烘箱中

静置 6h，然后放在万能试验机上测试抗拉强度，剪断后拼接后的抗拉强度仅为 40.4kPa，而本申请实施例 1 中堵漏剂的抗拉强度达到 750.6kPa。

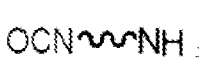
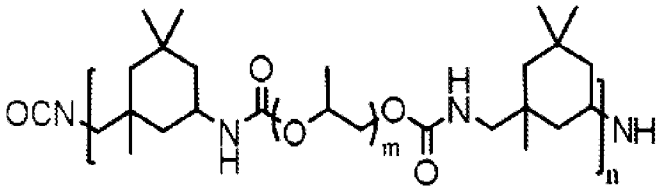
将对比例 2 中堵漏剂加入到钻井液基浆中，然后利用裂缝封堵装置测试封堵承压强度。配方如下：钻井液基浆+2wt%堵漏剂 M（8~10 目）+1wt%堵漏剂 K（10~20 目）+2wt%堵漏剂 J（20~40 目）+3wt%超细碳酸钙（800 目），在 3mm 裂缝开度仅为 2.5MPa 的承压压强，与本申请实施例 1 堵漏剂的承压能力 8MPa 相差较大。芳香族和聚氨酯的结合程度较低。

权利要求书

1. 一种化学粘接堵漏剂，其中，包括核层以及包覆在所述核层外表面上的无机材料；所述核层的材料具有式I所示结构：



式I

所述式I中， 表示 ，m、n 的数值满足所述核层的材料的数均分子量为 20000~35000。

2. 根据权利要求 1 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述核层的材料由聚丙二醇、甲苯二异氰酸酯和双(2-羟乙基)二硫醚经聚合、固化得到。

3. 根据权利要求 2 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述聚合包括：在 40~70℃温度条件下，先将所述聚丙二醇和所述甲苯二异氰酸酯混合反应 10~40min，再向体系中加入所述双(2-羟乙基)二硫醚反应 10~40min。

4. 根据权利要求 2 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述聚合包括：在 40~50℃温度条件下，先将所述聚丙二醇和所述甲苯二异氰酸酯混合反应 10~20min，再向体系中加入所述双(2-羟乙基)二硫醚反应 15~25min。

5. 根据权利要求 2 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述固化的温度为 70~100℃、时间为 5~16h。

6. 根据权利要求 2 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述固化的温度为 80~90℃、时间为 6~12h。

7. 根据权利要求 1 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述无机材料选自碳酸钙、碳酸镁、膨润土和滑石粉中的一种或两种以上的组合。

8. 根据权利要求 1 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述无机材料和所述核层的重量比为 2~4：1。

9. 根据权利要求 1 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述无机材料和所述核层的重量比为 2~3：1。

10. 根据权利要求 1 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述核层的材料具有颗粒状，粒度为 8~40 目。

11. 根据权利要求 1 所述的化学粘接堵漏剂，其中，所述无机材料具有颗粒状，粒度为 1800~2200 目。

12. 一种复合堵漏剂，其中，包括粒度在 10~20 目之间的堵漏剂 A、粒度在 20~40 目之间的堵漏剂 B 以及可选地粒度在 8~10 目之间的堵漏剂 C；

所述堵漏剂 A、所述堵漏剂 B 以及所述堵漏剂 C 各自独立地选自权利要求 1 至 11 中任一项所述的化学粘接堵漏剂；

所述堵漏剂 A、所述堵漏剂 B 和所述堵漏剂 C 的重量比为 1~2：1：1~2。

13. 根据权利要求 12 所述的复合堵漏剂，其中，所述堵漏剂 A、所述堵漏剂 B 和所述堵漏剂 C 的重量比为 1.5~2：1：1~1.5。

14. 一种钻井液，其中，包括权利要求 1 至 11 中任一项所述的化学粘接堵漏剂，或者权利要求 12 或 13 所述的复合堵漏剂。

15. 一种权利要求 1 至 11 中任一项所述的化学粘接堵漏剂、权利要求 12 或 13 所述的复合堵漏剂、或者权利要求 14 所述的钻井液在钻井工程中的应用。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2024/139559

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K8/42(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)

IPC:C09K8,C08G18,E21B43

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)

ISI Web of Science, STN, CJFD, CNTXT, DWPI, ENTXTC: 申请人, 发明人, 被覆, 堵剂, 堵漏, 堵塞, 二硫代, 二硫代二乙二醇, 二硫二乙醇, 封堵, 核/壳, 核壳, 核-壳, 胶囊, 聚丙二醇, 聚丙烯醇, 聚丁二醇, 聚环氧丙烷二醇, 聚醚, 聚氧丙烯醚, 壳核, 硫醚, 内核, 芯, 异氰酸酯, 羟乙基, 羟乙基二硫, capsule, coated, core, disulfide, HDI, IPDI, MDI, plugging, polyether, PPG, TDI, +thioether, polypropylene oxide glycol, polybutylene glycol, +isocyanate, polyoxypropylene ether, core/shell, MDI or HDI, polypropylene alcohol, +dithiodiethanol, dithiodiethylene glycol, +dithio+, Core-shell, shell core, polypropylene glycol

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2022267662 A1 (SOUTHWEST PETROLEUM UNIVERSITY) 25 August 2022 (2022-08-25) see description, paragraphs 19-46	1-15
A	CN 114369222 A (SICHUAN UNIVERSITY) 19 April 2022 (2022-04-19) see description, paragraphs 5-31	1-15
A	CN 112574727 A (CHINA PETROLEUM & CHEMICALS CORPORATION; SINOPEC RESEARCH INSTITUTE OF PETROLEUM ENGINEERING) 30 March 2021 (2021-03-30) see entire document	1-15
A	CN 113416404 A (GUANGDONG JUNLONG NEW BUILDING MATERIALS TECHNOLOGY CO., LTD.) 21 September 2021 (2021-09-21) see entire document	1-15

☑ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"D" document cited by the applicant in the international application
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"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)
"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
"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
"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
"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
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
02 April 2025	**09 April 2025**

Name and mailing address of the ISA/CN	Authorized officer
China National Intellectual Property Administration (ISA/CN) **China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing 100088**	Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 112625667 A (CHENGDU LEPS TECHNOLOGY CO., LTD.; SOUTHWEST PETROLEUM UNIVERSITY) 09 April 2021 (2021-04-09) see entire document	1-15
A	CN 113444501 A (CHINA NATIONAL PETROLEUM CORPORATION; CNPC ENGINEERING TECHNOLOGY R&D COMPANY LIMITED) 28 September 2021 (2021-09-28) see entire document	1-15
A	CN 114479779 A (CHINA PETROLEUM & CHEMICALS CORPORATION; DALIAN PETROCHEMICAL RESEARCH INSTITUTE OF CHINA PETROCHEMICAL CORPORATION) 13 May 2022 (2022-05-13) see entire document	1-15
A	US 2008230223 A1 (HEXION SPECIALTY CHEMICALS, INC.) 25 September 2008 (2008-09-25) see entire document	1-15
A	US 2019203097 A1 (COVESTRO LLC) 04 July 2019 (2019-07-04) see entire document	1-15
A	银龙;贺鹏;全一武;陈庆民; (YIN, Long; HE, Peng; QUAN, Yiwu; CHEN, Qingmin;). "含硫代聚脲结构的聚硫密封胶的合成与性能 (Synthesis and Properties of Polysulfide Sealant Containing Thio-urea)" *弹性体 (China Elastomerics),* No. 05, 25 October 2007 (2007-10-25), see entire document	1-15
A	唐丽荣;王炜彬;王清华;庄森炀;陈翠霞;黄彪; (TANG, Lirong; WANG, Weibin; WANG, Qinghua; ZHUANG, Senyang; CHEN, Cuixia; HUANG, Biao;). "基于芳香基双硫键的乙酸酯化纳米纤维素/聚(脲-氨酯)自愈合材料 (Esterified Cellulose Nanocrystals/poly(urea-urethane) Self-healing Materials Based on Aromatic Disulfide Bonds)" *化工进展 (Chemical Industry and Engineering Progress),* No. 04, 05 April 2017 (2017-04-05), see entire document	1-15
A	Li, Ting et al. "Effects of Diisocyanate Structure and Disulfide Chain Extender on Hard Segmental Packing and Self-Healing Property of Polyurea Elastomers" *POLYMERS,* 31 May 2019 (2019-05-31), see entire document	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2024/139559

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
US	2022267662	A1	25 August 2022	US	11453814	B2	27 September 2022
CN	114369222	A	19 April 2022	CN	114369222	B	21 March 2023
CN	112574727	A	30 March 2021	CN	112574727	B	09 September 2022
CN	113416404	A	21 September 2021	None			
CN	112625667	A	09 April 2021	CN	112625667	B	01 July 2022
CN	113444501	A	28 September 2021	CN	113444501	B	10 February 2023
CN	114479779	A	13 May 2022	CN	114479779	B	28 July 2023
US	2008230223	A1	25 September 2008	AR	067247	A1	07 October 2009
				MX	2009009664	A	22 September 2009
				RU	2009138924	A	27 April 2011
				RU	2441051	C2	27 January 2012
				US	7624802	B2	01 December 2009
				EP	2132032	A1	16 December 2009
				EP	2132032	A4	15 April 2015
				CA	2680930	A1	25 September 2008
				CA	2680930	C	05 April 2016
				SA	08290147	B1	13 February 2011
				WO	2008115338	A1	25 September 2008
				WO	2008115338	A9	13 November 2008
US	2019203097	A1	04 July 2019	WO	2019032250	A1	14 February 2019

国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2024/139559

A. 主题的分类

C09K8/42(2006.01)i

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. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

IPC:C09K8,C08G18,E21B43

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

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））

ISI Web of Science,STN,CJFD,CNTXT,DWPI,ENTXTC:申请人,发明人,被覆,堵剂,堵漏,堵塞,二硫代,二硫代二乙二醇,二硫二乙醇,封堵,核/壳,核壳,核-壳,胶囊,聚丙二醇,聚丙烯醇,聚丁二醇,聚环氧丙烷二醇,聚醚,聚氧丙烯醚,壳核,硫醚,内核,芯,异氰酸酯,羟乙基,羟乙基二硫,capsule,coated,core,disulfide,HDI,IPDI,MDI,plugging,polyether,PPG,TDI,+thioether,polypropylene oxide glycol,polybutylene glycol,+isocyanate,polyoxypropylene ether,core/shell,MDI or HDI,polypropylene alcohol,+dithiodiethanol,dithiodiethylene glycol,+dithio+,Core-shell,shell core,polypropylene glycol

C. 相关文件

类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	US 2022267662 A1 (UNIV SOUTHWEST PETROLEUM) 2022年8月25日 (2022 - 08 - 25) 参见说明书第19-46段	1-15
A	CN 114369222 A (四川大学) 2022年4月19日 (2022 - 04 - 19) 参见说明书第5-31段	1-15
A	CN 112574727 A (中国石油化工股份有限公司 中国石油化工股份有限公司石油工程技术研究院) 2021年3月30日 (2021 - 03 - 30) 参见全文	1-15
A	CN 113416404 A (广东隽隆新型建材科技有限公司) 2021年9月21日 (2021 - 09 - 21) 参见全文	1-15
A	CN 112625667 A (成都劳恩普斯科技有限公司 西南石油大学) 2021年4月9日 (2021 - 04 - 09) 参见全文	1-15

☑ 其余文件在C栏的续页中列出。

☑ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型：

"A" 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

"D" 申请人在国际申请中引证的文件

"E" 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

"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）

"O" 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

"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

"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

"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

"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

"&" 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期
2025年4月2日	2025年4月9日
ISA/CN的名称和邮寄地址 中国国家知识产权局 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	受权官员 袁媛 电话号码 (+86) 010-62084535

C. 相关文件

类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	CN 113444501 A (中国石油天然气集团有限公司 中国石油集团工程技术研究院有限公司) 2021年9月28日 (2021 - 09 - 28) 参见全文	1-15
A	CN 114479779 A (中国石油化工股份有限公司 中国石油化工股份有限公司大连石油化工研究院) 2022年5月13日 (2022 - 05 - 13) 参见全文	1-15
A	US 2008230223 A1 (HEXION SPECIALTY CHEMICALS INC) 2008年9月25日 (2008 - 09 - 25) 参见全文	1-15
A	US 2019203097 A1 (COVESTRO LLC) 2019年7月4日 (2019 - 07 - 04) 参见全文	1-15
A	银龙;贺鹏;全一武;陈庆民;. "含硫代聚脲结构的聚硫密封胶的合成与性能" 弹性体, 第05期，2007年10月25日 (2007 - 10 - 25)， 参见全文	1-15
A	唐丽荣;王炜彬;王清华;庄森炀;陈翠霞;黄彪;. "基于芳香基双硫键的乙酸酯化纳米纤维素/聚(脲-氨酯)自愈合材料" 化工进展, 第04期，2017年4月5日 (2017 - 04 - 05)， 参见全文	1-15
A	Li, Ting等. "Effects of Diisocyanate Structure and Disulfide Chain Extender on Hard Segmental Packing and Self-Healing Property of Polyurea Elastomers" POLYMERS, 2019年5月31日 (2019 - 05 - 31)， 参见全文	1-15

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2024/139559

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
US	2022267662	A1	2022年8月25日	US	11453814	B2	2022年9月27日
CN	114369222	A	2022年4月19日	CN	114369222	B	2023年3月21日
CN	112574727	A	2021年3月30日	CN	112574727	B	2022年9月9日
CN	113416404	A	2021年9月21日		无		
CN	112625667	A	2021年4月9日	CN	112625667	B	2022年7月1日
CN	113444501	A	2021年9月28日	CN	113444501	B	2023年2月10日
CN	114479779	A	2022年5月13日	CN	114479779	B	2023年7月28日
US	2008230223	A1	2008年9月25日	AR	067247	A1	2009年10月7日
				MX	2009009664	A	2009年9月22日
				RU	2009138924	A	2011年4月27日
				RU	2441051	C2	2012年1月27日
				US	7624802	B2	2009年12月1日
				EP	2132032	A1	2009年12月16日
				EP	2132032	A4	2015年4月15日
				CA	2680930	A1	2008年9月25日
				CA	2680930	C	2016年4月5日
				SA	08290147	B1	2011年2月13日
				WO	2008115338	A1	2008年9月25日
				WO	2008115338	A9	2008年11月13日
US	2019203097	A1	2019年7月4日	WO	2019032250	A1	2019年2月14日