

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2023년 5월 11일 (11.05.2023) WIPO | PCT



(10) 국제공개번호
WO 2023/080709 A1

(51) 국제특허분류:
C09K 8/14 (2006.01) C09K 8/03 (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2022/017237

(22) 국제출원일: 2022년 11월 4일 (04.11.2022)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:
10-2021-0151005 2021년 11월 5일 (05.11.2021) KR

(71) 출원인: 고려대학교 산학협력단 (KOREA UNIVERSITY RESEARCH AND BUSINESS FOUNDATION) [KR/KR]; 02841 서울특별시 성북구 안암로 145, Seoul (KR). 경상국립대학교 산학협력단 (INDUSTRY-ACADEMIC COOPERATION FOUNDATION GYEONGSANG NATIONAL UNIVERSITY) [KR/KR]; 52828 경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동), Gyeongsangnam-do (KR). 한국지질자원연구원 (KOREA INSTITUTE OF GEOSCIENCE AND MINERAL RESOURCES (KIGAM)) [KR/KR]; 34132 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동, 한국지질자원연구원), Daejeon (KR).

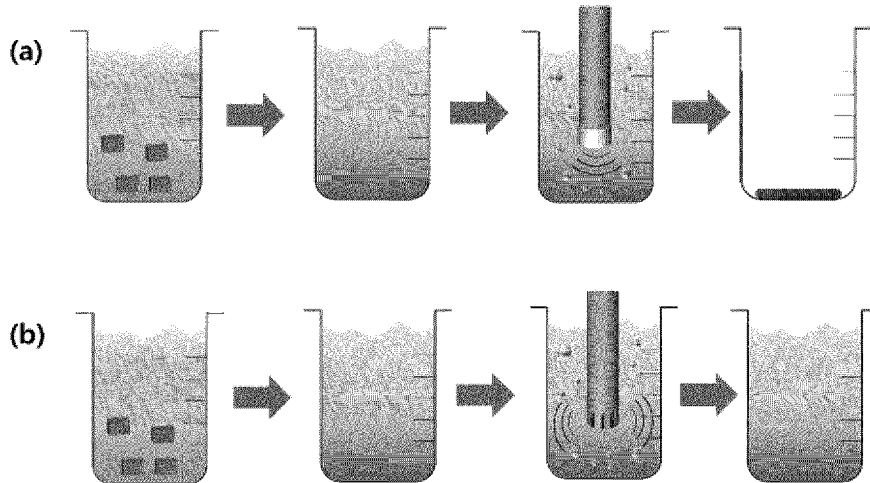
(72) 발명자: 김수영 (KIM, Soo-Young); 07343 서울특별시 영등포구 국제금융로 108-6 진주아파트 B동 602호, Seoul (KR). 홍성현 (HONG, Sung-Hyun); 06695 서울특별시 서초구 방배로 63 방배현대맨피스2 201동 1302호, Seoul (KR). 황옥렬 (HWANG, Wook-Ryol); 52855 경상남도 진주시 에나로175번길 12 (충무공동, 중흥에스클래스 센트럴시티 3단지) 303동 2401호, Gyeongsangnam-do (KR). 조해진 (JO, Hae-Jin); 52829 경상남도 진주시 내동로 348번길 10 가좌그린빌주공아파트 114동 502호, Gyeongsangnam-do (KR). 김영주 (KIM, Young-Ju); 52735 경상남도 진주시 초장로14번길 29 진주초전푸르지오2단지 203동 702호, Gyeongsangnam-do (KR). 우남섭 (WOO, Nam-Sub); 37627 경상북도 포항시 북구 우창로 166 창포메트로시티2단지 213동 1001호, Gyeongsangbuk-do (KR). 한상목 (HAN, Sang-Mok); 37574 경상북도 포항시 북구 장량중앙로 33 한양수자인 209동 501호, Gyeongsangbuk-do (KR).

(74) 대리인: 최훈식 (CHOI, Hoon-Sik); 08502 서울특별시 금천구 가산디지털1로 212 1410, Seoul (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): 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,

(54) Title: NANO CLAY MINERAL-BASED DRILLING MUD AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 발명의 명칭: 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법



(57) Abstract: The present invention pertains to a nano clay mineral-based drilling mud, and a method for producing same. The nano clay mineral-based drilling mud comprises a solvent and smectite clay mineral nanoparticles, wherein the solvent is distilled water or salt water, the size of the smectite clay mineral nanoparticles is 10 nm to 10 μ m, and 90-99.9 wt% of the solvent and 0.1-10 wt% of the smectite clay mineral nanoparticles are blended. The method for producing the nano clay mineral-based drilling mud comprises a step of ultrasonic or homomixer treatment.

(57) 요약서: 본 발명은 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 용매 및 스멕타이트족 점토광물 나노입자를 포함하여 이루어지되, 상기 용매는 증류수 또는 소금물이고, 상기 스멕타이트족 점토광물 나노입자의 크기는 10nm 내지 10 μ m이며, 용매 90wt% 내지 99.9wt%와 스멕타이트족 점토광물 나노입자 0.1wt% 내지 10wt%가 배합되는 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 이를 위해 초음파 또는 호모믹서 처리하는 제조공정을 갖는 제조방법을 제안한다.

HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, 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).

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))

명세서

발명의 명칭: 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법 기술분야

- [1] 본 발명은 시추(drilling)에 사용되는 시추이수 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 나노 점토광물 기반의 시추이수를 제공하되 동일 사용중량 대비 점도를 증가시킬 수 있도록 하고 전단담화 현상을 개선시킬 수 있도록 하며 사용량을 기존에 비해 더 적게 사용하면서도 더 높은 농도의 개선된 물성을 갖게 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 일반적으로 시추이수는 땅속 깊이 구멍을 파는 작업인 시추(drilling)에 사용되는 유체를 통칭하는 것으로서, 시추 시에 나오는 지층의 암편을 지층밖으로 운반하고, 시추공의 공극압을 유지하며, 시추공의 내벽의 이수침출 방지 및 비트의 윤활과 냉각 등을 비롯하여 다양한 역할을 수행한다.
- [3] 이와 같은 시추이수는 크게 수성 기반, 유성 기반, 그리고 합성 기반 시추이수가 있으며, 상기 유성 기반 시추이수와 합성기반 시추 이수는 고온 고압의 환경에서도 사용이 가능하지만 가격이 비싸다는 문제점이 있는 반면, 상기 수성기반 시추이수는 값이 저렴하며 친환경적인 장점을 갖는다.
- [4] 여기에서, 상기 수성 기반 시추이수는 종래에 있어 물속에 벤토나이트와 바라이트 및 고분자 증점제가 포함되는 구성을 갖는 것으로서, 이 중 벤토나이트는 화산재로 만들어진 팽윤성을 가진 점토광물로서 시추이수의 점도 및 항복응력 등의 유변물성을 결정하고 이수 침출을 방지하는 등 다양한 역할을 수행하는 가장 핵심적인 소재이다.
- [5] 이와 같이 시추이수의 핵심적인 소재로 적용되고 있는 상기 벤토나이트는 기존에 마이크로 스케일에서 나노 스케일로 제조하여 사용함으로써 저전단에서 높은 점도값을 갖고 고전단에서 낮은 점도값을 갖는 강화된 전단담화현상은 물론 고온 고압환경에서의 우수함을 갖는 다양한 장점을 활용하고자 하는 노력들을 경주하고 있다.
- [6] 이에, 종래 시추이수의 제조기술을 살펴보면, 종래에는 볼밀링 방식을 통해 나노 스케일의 벤토나이트를 제작하여 시추이수로 사용하고 있으나, 이와 같은 종래의 볼밀링을 사용하는 방식은 상대적으로 공정시간이 길고 시료 회수가 번거로운 문제점이 있으며, 이와 더불어 나노입자의 크기가 불균일하다는 문제점이 존재하는 관계로 더 효율적이면서 대량으로 생산이 가능한 솔루션이 요구되고 있다.
- [7] 한편, 시추이수 및 그 제조기술에 관해서는 PCT국제출원 PCT/EP2017/066988에서 "트라이머산의 아민염 및 모노카복실 지방산의 아민염을 포함하는 화합물이 사용되는 유기 점토 조성물과 그 사용"에 대한

기술이 개시되어 있고, 중국공개특허 CN 109504354에서 "활제가 캐리어오일, 극압제, 유기 몰리브덴화합물(molybdenum compound) 및 흡착 피막제(film forming agent)를 포함하고, 상기 캐리어오일, 극압제, 유기 몰리브덴화합물(molybdenum compound) 및 흡착 피막제(film forming agent)의 질량비가 (60-80):(10-20):(5-15):(2-8)인 시추이수"에 대한 기술이 개시되어 있으며, 이를 참조할 수 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [8] 본 발명은 상술한 종래의 문제점을 해소 및 이를 감안하여 안출된 것으로서, 나노 점토광물 기반의 시추이수를 제공하되 동일 사용중량 대비 점도를 증가시킬 수 있도록 하고 전단담화 현상을 개선시킬 수 있도록 하며 사용량을 기존에 비해 더 적게 사용하면서도 더 높은 농도의 개선된 물성을 갖게 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.
- [9] 본 발명은 초음파 또는 호모믹서를 이용하여 나노입자 크기를 갖는 분말상 또는 액상의 시추이수를 용이하게 제조할 수 있도록 하며, 핵심소재가 되는 점토광물에 대해 균일한 나노입자 크기를 갖도록 한 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.
- [10] 본 발명은 기존에 비해 짧은 시간에 대량으로 생산할 수 있도록 한 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제 해결 수단

- [11] 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수는, 용매 및 스멕타이트족 점토광물 나노입자를 포함하여 이루어지되, 상기 용매는 증류수 또는 소금물이고, 상기 스멕타이트족 점토광물 나노입자의 크기는 10nm 내지 10 μ m인 것을 특징으로 한다.
- [12] 또한, 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법은, (A) 스멕타이트족 점토광물을 용매에 혼합하여 현탁액을 만든 후, 점도 및 분산 안정화를 위해 24시간 내지 48시간 숙성시키는 단계; (B) 상기 현탁액을 초음파장비에 투입한 후 60W 내지 70W의 초음파 세기로 2시간 내지 10시간 동안 초음파 처리하여 현탁액 내 스멕타이트족 점토광물을 나노입자화시킴으로써 스멕타이트족 점토광물 나노입자로 만드는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [13] 또한, 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법은, (A) 스멕타이트족 점토광물을 용매에 혼합하여 현탁액을 만든 후, 점도 및 분산 안정화를 위해 24시간 내지 48시간 숙성시키는 단계; (B) 상기 현탁액을 호모믹서에 투입한 후 호모믹서의 에너지 소산 10³W/kg 내지 10⁶ W/kg 조건에서 2시간 내지 4시간 동안 믹싱 처리하여 현탁액 내 스멕타이트족 점토광물을 나노입자화시킴으로써 스멕타이트족 점토광물 나노입자로 만드는

단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

- [14] 여기에서, 상기 스멕타이트족 점토광물 나노입자의 크기는 10nm 내지 10 μ m일 수 있다.
- [15] 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명에 대하여서는 각각의 특징별로 더욱 다양한 실시 유형들이 존재하는데, 이하에서 이러한 다양한 실시 유형들을 기술하기로 하며, 보다 구체적으로 설명하기로 한다.

발명의 효과

- [16] 본 발명에 따르면, 나노 점토광물 기반의 시추이수를 제공하되 동일 사용중량 대비 점도를 증가시킬 수 있고 전단담화 현상을 개선할 수 있으며 사용량을 기존에 비해 더 적게 사용하면서도 더 높은 농도의 개선된 물성을 갖게 하는 시추이수를 제공할 수 있다.
- [17] 본 발명에 따르면, 초음파 또는 호모믹서를 이용하여 나노입자 크기를 갖는 분말상 또는 액상의 시추이수를 간단하면서도 용이하게 제조할 수 있으며, 핵심소재가 되는 점토광물에 대해 균일한 나노입자 크기를 갖는 시추이수를 제공할 수 있다.
- [18] 본 발명에 따르면, 기존에 비해 짧은 시간에 대량으로 생산할 수 있으며, 초음파 또는 호모믹서 처리 후에는 48시간의 대기 후에 시추이수로 바로 사용할 수 있는 충분한 농도를 갖는 시추이수를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [19] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법을 설명하기 위해 나타낸 공정 순서도이다.
- [20] 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법을 설명하기 위해 나타낸 공정 순서도이다.
- [21] 도 3은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법을 설명하기 위해 나타낸 모식도로서, (a)는 초음파 처리방식을 나타낸 모식도이고, (b)는 호모믹서 처리방식을 나타낸 모식도이다.
- [22] 도 4는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 초음파 처리에 따른 나노 벤토나이트의 전계방출형 주사전자현미경 이미지를 나타낸 사진이다.
- [23] 도 5는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입의 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 전계방출형 주사전자현미경 이미지를 나타낸 사진이다.
- [24] 도 6은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 블레이드 타입 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 전계방출형 주사전자현미경 이미지를 나타낸 사진이다.
- [25] 도 7은 본 발명의 비교를 위한 벤토나이트의 투과전자현미경(Transmission electron microscopy) 이미지를 나타낸 사진으로서, 일반 벤토나이트와 초음파

처리 또는 호모믹서 처리된 벤토나이트를 나타낸 이미지이다.

- [26] 도 8은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 입자 분포도를 나타낸 그래프이다.
- [27] 도 9는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 초음파 처리 또는 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 입자 결정성을 나타낸 그래프이다.
- [28] 도 10은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 초음파 처리로 제작된 나노 벤토나이트 파우더를 증류수와 혼합하여 제작한 시추이수의 전단응력에 따른 점도값을 나타낸 그래프이다.
- [29] 도 11은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입의 호모믹서 처리로 제작된 나노 벤토나이트 시추이수의 전단응력에 따른 점도값을 나타낸 그래프이다.
- [30] 도 12는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 블레이드 타입의 호모믹서 처리로 제작된 나노 벤토나이트 시추이수의 전단응력에 따른 점도값을 나타낸 그래프이다.
- [31] 도 13은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입의 호모믹서를 나타낸 요부 구성도이다.
- [32] 도 14는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입 호모믹서 측 유체역학 메카니즘 및 수치해석 결과를 나타낸 도면이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [33] 본 발명에 대해 첨부한 도면을 참조하여 바람직한 실시예를 설명하면 다음과 같으며, 이와 같은 상세한 설명을 통해서 본 발명의 목적과 구성 및 그에 따른 특징들을 보다 잘 이해할 수 있게 될 것이다.
- [34] 도 1 내지 도 14는 본 발명의 실시예에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 그 제조방법을 설명하기 위해 나타낸 도면 및 이미지 사진들이다.
- [35] 본 발명의 실시예에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수는 용매 및 스�멕타이트족 점토광물 나노입자를 포함하는 구성으로 이루어진다.
- [36] 상기 용매는 시추이수 측 전담박화 현상을 강화하도록 하기 위해 증류수 또는 소금물을 사용함이 바람직하다.
- [37] 여기에서, 상기 용매는 90wt% 내지 99.9wt%이고, 상기 스�멕타이트족 점토광물 나노입자는 0.1wt% 내지 10wt%가 포함된다.
- [38] 여기에서, 상기 용매와 스�멕타이트족 점토광물 나노입자는 하기 제조방법에 있어 초음파 또는 호모믹서 등 처리방식에 따라 배합비율에 차이가 발생할 수 있다.
- [39] 여기에서, 상기 스�멕타이트족 점토광물 나노입자의 크기는 10nm 내지 10 μ m일 수 있다.

- [40] 이때, 상기 스펙타이트족 점토광물은 벤토나이트, 몬트모릴로나이트, 새포나이트, 헥토라이트, 미네소타이트, 논트로나이트 및 바이델라이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.
- [41] 상술한 바와 같이, 용매 및 스펙타이트족 점토광물 나노입자를 포함하는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수는 분말상 또는 액상 타입으로 구비될 수 있다.
- [42] 여기에서, 분말상 시추이수는 시추에 사용시 증류수 또는 소금물에 첨가하여 일정 농도를 유지하도록 한 상태로 사용할 수 있으며, 액상 시추이수는 바로 사용하거나 또는 필요에 따라 숙성과정을 거친 후 사용할 수 있다.
- [43] 이와 같이, 분말상 또는 액상 타입으로 구비 가능한 것으로서, 용매 및 스펙타이트족 점토광물 나노입자를 포함하는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수는 하기에서 기술하는 제조방법을 통해 간단하게 제조할 수 있으며, 짧은 시간에 대량으로 생산할 수 있다.
- [44] 본 발명의 일 실시예에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법은 도 1 및 도 3의 (a)에 나타낸 바와 같이, 현탄액 제조 및 숙성단계(S10)와 초음파 처리단계(S20), 건조 및 분말화단계(S30)를 포함하는 구성일 수 있다.
- [45] 상기 현탄액 제조 및 숙성단계(S10)는 스펙타이트족 점토광물을 용매에 혼합하여 현탄액을 만든 후, 점도 및 분산 안정화를 위해 24시간 내지 48시간 숙성시키는 단계이다.
- [46] 상기 용매는 97wt% 내지 99.9wt%를 사용하고, 상기 스펙타이트족 점토광물은 0.1wt% 내지 3wt%를 첨가하여 혼합할 수 있다.
- [47] 상기 스펙타이트족 점토광물은 벤토나이트, 몬트모릴로나이트, 새포나이트, 헥토라이트, 미네소타이트, 논트로나이트 및 바이델라이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.
- [48] 상기 초음파 처리단계(S20)는 스펙타이트족 점토광물 현탄액에 있어 스펙타이트족 점토광물의 입자를 나노입자화하기 위한 단계로서, 상기 현탄액 제조 및 숙성단계(S10)를 거친 현탄액을 초음파장비에 투입한 후 초음파 처리하는 단계이다.
- [49] 상세하게, 상기 초음파 처리단계(S20)에서는 스펙타이트족 점토광물이 포함된 현탄액을 초음파장비에 투입한 후 60W 내지 70W의 초음파 세기로 2시간 내지 10시간 동안 초음파 처리하는 단계이다.
- [50] 상기 초음파 처리는 3초간 초음파를 가하고 2초간 휴식하는 주기로 수행함이 바람직하다.
- [51] 이때, 초음파 처리시 에너지 소산(power)은 10^3W/kg 내지 10^6W/kg 을 적용함이 바람직하다.
- [52] 이렇게 스펙타이트족 점토광물이 포함된 현탄액을 상술한 조건으로 초음파 처리함으로써 현탄액 내 스펙타이트족 점토광물을 마이크로 입자 상태에서 나노입자화 처리할 수 있으며, 이를 통해 스펙타이트족 점토광물 나노입자로

제조할 수 있다.

- [53] 여기서, 상기 스펙타이트족 점토광물 나노입자는 10nm 내지 10 μ m의 크기로 만들 수 있으며, 초음파 처리에 따라 균일한 나노입자 크기로 제조할 수 있다.
- [54] 이에, 스펙타이트족 점토광물 나노입자를 갖는 현탁액, 즉 나노 점토광물 기반의 시추이수를 간단하게 제조할 수 있으며, 이와 같은 제조기술은 제조효율을 높이면서도 짧은 시간에 대량으로 시추이수를 생산할 수 있는 장점을 제공할 수 있다.
- [55] 상기 건조 및 분말화단계(S30)는 상기 초음파 처리단계(S20)를 거친 결과물, 즉 상기 스펙타이트족 점토광물 나노입자를 갖는 현탁액을 건조 처리 및 분말화시키는 단계로서, 분말상(powder type)으로 제조하는 단계이다.
- [56] 이때, 상기 건조 및 분말화단계(S30)는 스펙타이트족 점토광물 나노입자를 갖는 현탁액을 오븐에 넣고 90°C 내지 110°C 조건에서 건조시킨 후, 블렌더 또는 믹서기를 이용하여 분말화시키는 단계이다.
- [57] 본 발명의 다른 실시예에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법은 도 2 및 도 3의 (b)에 나타낸 바와 같이, 현탁액 제조 및 숙성단계(S110)와 호모믹서 처리단계(S120)를 포함하는 구성일 수 있다.
- [58] 상기 현탁액 제조 및 숙성단계(S110)는 스펙타이트족 점토광물을 용매에 혼합하여 현탁액을 만든 후, 점도 및 분산 안정화를 위해 24시간 내지 48시간 숙성시키는 단계이다.
- [59] 상기 용매는 90wt% 내지 99.9wt%를 사용하고, 상기 스펙타이트족 점토광물은 0.1wt% 내지 10wt%를 첨가하여 혼합할 수 있다.
- [60] 상기 스펙타이트족 점토광물은 벤토나이트, 몬트모릴로나이트, 세포나이트, 헥토라이트, 미네소타이트, 논트로나이트 및 바이텔라이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.
- [61] 상기 호모믹서 처리단계(S120)는 상기 현탁액 제조 및 숙성단계(S110)를 통해 제조된 스펙타이트족 점토광물이 포함된 현탁액을 호모믹서에 투입한 후 믹싱 처리함으로써 현탁액 내 스펙타이트족 점토광물을 나노입자화시킴으로써 스펙타이트족 점토광물 나노입자로 만드는 단계이다.
- [62] 이때, 상기 호모믹서는 블레이드 타입 또는 스테이터-로터 타입의 회전부를 갖는 구성일 수 있다.
- [63] 여기서, 상기 호모믹서 처리단계(S120)는 호모믹서의 에너지 소산(power) 10³ W/kg 내지 10⁶W/kg 조건에서 2시간 내지 4시간 동안 믹싱 처리함이 바람직하다.
- [64] 여기서, 상기 호모믹서는 5000rpm 내지 8000rpm의 회전수로 고속 제어함이 바람직하다.
- [65] 이에, 상기 스펙타이트족 점토광물 나노입자는 10nm 내지 10 μ m의 크기로 만들 수 있으며, 호모믹서 처리에 따라 균일한 나노입자 크기로 제조할 수 있다.
- [66] 따라서, 스펙타이트족 점토광물 나노입자를 갖는 현탁액, 즉 나노 점토광물 기반의 시추이수를 간단하게 제조할 수 있으며, 이와 같은 제조기술 또한

제조효율을 높이면서도 짧은 시간에 대량으로 시추이수를 생산할 수 있는 장점을 제공할 수 있다.

- [67] 한편, 이하에서는 보다 구체적인 실시예를 통해 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반 시추이수를 제조하였고, 이렇게 제조된 시추이수에 대한 유변물성을 측정하여 나타내었으며, 도 3 내지 도 15를 참조하여 본 발명에 따른 작용성을 상세하게 설명하기로 한다.

[68] (실시예)

[69] **1. 일반 벤토나이트 기반 시추이수 제조**

- [70] 일반 벤토나이트의 질량분율을 3wt% 내지 5wt%로 하여 증류수에 혼합하고 미국 석유허회(American petroleum institute: API) 규정에 따라 48시간의 숙성 이후 물성을 측정하였다. 이 과정은 벤토나이트가 충분히 팽윤되는 시간을 기다리는 과정이다.

[71] **2. 초음파 처리를 통한 나노 벤토나이트 기반 시추이수 제조**

- [72] 본 발명에 따른 초음파 처리를 통한 나노 벤토나이트 제조는 프로브 초음파 장비를 사용하였다.

- [73] 이때, 현탁액에 있어 벤토나이트의 질량분율은 0.1~1.25wt%이며, 초음파의 세기는 60 내지 70W로서 3초간 초음파를 가하고 2초간 휴식하는 주기로 2시간 내지 4시간 진행하였다. 초음파 처리 후에는 100°C 오븐에 넣어 건조시킨 후 일반적인 블렌더 또는 믹서기를 통해 나노벤토나이트 파우더로 제조하였다.

[74] **3. 스테이터-로터 타입 호모믹서로 처리한 나노 벤토나이트 기반 시추이수 제조**

- [75] 본 발명에 따른 호모믹서 처리를 통한 나노 벤토나이트 제조는 톱니형태의 4중 스테이터-로터 타입의 호모믹서 장비를 사용하였다.

- [76] 이때, 현탁액에 있어 벤토나이트의 질량분율은 3~5wt%이며, 호모믹서의 에너지 소산은 회전수에 따라 10³W/kg 내지 10⁶W/kg이고, 처리시간은 2시간 내지 4시간 동안 진행하였다.

[77] **4. 블레이드 타입 호모믹서로 처리한 나노 벤토나이트 기반 시추이수 제조**

- [78] 본 발명에 따른 블레이드 타입 호모믹서 처리를 통한 나노 벤토나이트 제조는 블레이드 타입의 호모믹서 장비를 사용하였다.

- [79] 이때, 호모믹서 크기는 100L 규모급이고, 제조한 벤토나이트 현탁액의 양은 50L이다. 현탁액에 있어 벤토나이트의 농도는 3~5wt%이며, 호모믹서의 에너지 소산은 회전수에 따라 10³W/kg 내지 10⁶W/kg이고 처리시간은 2시간 내지 4시간 동안 진행하였다.

- [80] 도 4는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 초음파 처리에 따른 나노 벤토나이트의 전계방출형 주사전자현미경 이미지를 나타낸 사진이다.

- [81] (a)는 어떤 처리도 하지 않은 일반 벤토나이트의 경우로서, 스케일이 1~10 마이크로 스케일 정도의 크기인 것을 확인할 수 있고, (b)는 초음파 처리시간이

2시간 이내일 경우 벤토나이트 입자들이 2마이크로 이내에 분포된 것을 확인할 수 있으며, 초음파 처리시간이 4시간일 경우 벤토나이트 입자 크기가 나노스케일이 됨을 확인할 수 있다.

[82] 이에 따라, 초음파 처리를 통하여 벤토나이트의 입자를 기존 공정에 비해 충분히 작게 만들 수 있음을 확인할 수 있다.

[83] 도 5는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입의 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 전계방출형 주사전자현미경 이미지를 나타낸 사진이다.

[84] (a)는 2시간 이내로 처리한 벤토나이트 입자들이 2마이크로 이내에 분포된 것을 확인할 수 있고, (b)는 4시간 처리한 벤토나이트 입자들로서 나노 스케일이 되는 것을 확인할 수 있다.

[85] 이에 따라, 호모믹서를 통해서도 초음파와 같이 벤토나이트를 나노 입자크기로 제조가 가능함을 확인할 수 있다.

[86] 도 6은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 블레이드 타입 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 전계방출형 주사전자현미경 이미지를 나타낸 사진이다.

[87] (a)는 2시간 이내로 처리한 벤토나이트 입자들이 2마이크로 이내에 분포된 것을 확인할 수 있고, (b)는 4시간 처리한 벤토나이트 입자들로서 나노 스케일이 되는 것을 확인할 수 있다.

[88] 이에 따라, 초음파와 같이 벤토나이트를 나노 입자로 제조가 가능하며, 대량생산을 통한 양산이 가능함을 확인할 수 있다.

[89] 도 7은 본 발명의 비교를 위한 벤토나이트의 투과전자현미경(Transmission electron microscopy) 이미지를 나타낸 사진으로서, 일반 벤토나이트와 초음파 처리 또는 호모믹서 처리된 벤토나이트를 나타낸 이미지이다.

[90] (a)는 일반 벤토나이트의 경우로서, 투과 전자 현미경으로 보았을 때 가장 작은 입자도 1 마이크로미터 직경정도인 것을 확인할 수 있고, (b)는 초음파로 4시간 처리한 벤토나이트로서 수십 나노미터 크기인 것을 확인할 수 있으며, (c)는 스테이터-로터 타입의 호모믹서로 4시간 처리한 벤토나이트로서 수십 나노미터 크기인 것을 확인할 수 있다.

[91] 도 8은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 입자 분포도를 나타낸 그래프이다.

[92] (a)는 스테이터-로터 타입의 호모믹서로 처리한 그래프이고, (b)는 블레이드 타입의 호모믹서로 처리한 그래프이다.

[93] (a) 그래프에서, (a-1)은 일반 벤토나이트이고, (a-2)는 2시간 처리한 것이며, (a-3)은 4시간 처리한 것이다.

[94] 여기에서, 일반 벤토나이트{(a)-1}의 크기는 수십에서 수백 마이크로 크기까지 다양하게 분포되어 있음을 나타내는 반면에 호모믹서로 2시간{(a)-2} 또는 4시간{(a)-2} 처리한 경우가 일반 벤토나이트 보다 입자의 크기가 확연히 작아진

것을 확인할 수 있으며, 호모믹서의 처리시간 증가에 따라 입자 크기가 더 작아진 것을 확인할 수 있다.

[95] 또한, (b) 그래프에서, (a-1)은 일반 벤토나이트이고, (a-2)는 2시간 처리한 것이며, (a-3)은 4시간 처리한 것이다.

[96] 여기에서도, 일반 벤토나이트{(b)-1}와 비교해 보았을 때, 호모믹서로 2시간{(b)-2} 또는 4시간{(b)-2} 처리한 경우가 일반 벤토나이트 보다 입자의 크기가 확연히 작아진 것을 확인할 수 있으며, 호모믹서의 처리시간의 증가에 따라 입자 크기가 더 작아진 것을 확인할 수 있다.

[97] 도 9는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 초음파 처리 또는 호모믹서 처리에 따른 나노 벤토나이트의 입자 결정성을 나타낸 그래프이다.

[98] 여기에서, (a)는 아무 처리하지 않은 일반 벤토나이트이고, (b)는 2시간 초음파 처리된 벤토나이트이고, (c)는 4시간 초음파 처리된 벤토나이트이고, (d)는 스테이터-로터 타입의 호모믹서로 2시간 처리된 벤토나이트이며, (e)는 블레이드 타입 호모믹서로 4시간 처리된 벤토나이트의 XRD(X-ray diffraction)를 나타낸 그래프이다.

[99] 아무 처리도 하지 않은 (a)에서는 $2\theta = 6.9^\circ, 19.6^\circ, 26.5^\circ$ 지점에서 피크(peak)가 나왔고, 이 피크(peak)는 몬모릴로나이트의 XRD 지점이다.

[100] (b) 내지 (e)의 XRD 피크(peak) 지점의 경우에도 일부는 사라졌지만 핵심적인 $2\theta = 19.6^\circ, 26.5^\circ$ 지점에서는 피크(peak)가 여전히 존재하고 있는 것으로서, 이는 초음파 또는 호모믹서 처리 후에도 벤토나이트의 결정성은 유지된다는 점을 시사하는 것이라 할 수 있다.

[101] 도 10은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 초음파 처리로 제작된 나노 벤토나이트 파우더를 증류수와 혼합하여 제작한 시추이수의 전단응력에 따른 점도값을 나타낸 그래프이다.

[102] 여기에서, (a)는 아무 처리하지 않은 일반 벤토나이트이고, (b)는 2시간 초음파 처리된 벤토나이트이며, (c)는 4시간 초음파 처리된 벤토나이트로서, 각각 5wt%의 질량분율로 증류수와 혼합하여 제작한 시추이수의 전단율에 따른 점도를 측정한 것이다.

[103] 여기에서, 시료 (a)와 비교하였을 때 초음파 처리 시간이 증가함에 따라 전체적인 점도가 선형적으로 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 이는 초음파 처리를 할 경우 벤토나이트의 입자가 작아짐에 따라 질량 대비 표면적이 증가하여 시추이수의 점도를 증가시키기 때문이며, 이에 따라 같은 양의 벤토나이트로 더 높은 점도를 만들 수 있다는 것을 확인할 수 있다.

[104] 도 11은 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입의 호모믹서 처리로 제작된 나노 벤토나이트 시추이수의 전단응력에 따른 점도값을 나타낸 그래프이다.

[105] 여기에서, (a)는 아무 처리하지 않은 3wt% 질량분율의 일반 벤토나이트이고,

(b)는 아무 처리하지 않은 5wt% 질량분율의 일반 벤토나이트이고, (c)는 스테이터-로터 타입의 호모믹서로 2시간 처리된 3wt% 질량분율의 벤토나이트이며, (d)는 스테이터-로터 타입의 호모믹서로 4시간 처리된 3wt% 질량분율의 벤토나이트이다.

[106] 여기에서, 호모믹서의 경우 초음파 처리와는 다르게 벤토나이트를 3wt% 이상의 농도에서도 충분히 입자를 작게 만들 수 있음을 보여주고 있고, 3wt%의 농도만으로도 3wt% 농도의 일반 벤토나이트 시료인 (a)보다 점도가 높으며, 5wt%농도의 일반 벤토나이트 시료 (b)만큼 저전단(Low shear rate)에서 점도가 높음을 보여주고 있다. 이는 호모믹서로 벤토나이트를 나노 크기로 제작한다면 5wt% 농도보다 적은 농도만으로도 충분히 원하는 점도에 도달할 수 있음과 동시에 벤토나이트를 절약할 수 있다는 장점을 제공할 수 있다.

[107] 도 12는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 블레이드 타입의 호모믹서 처리로 제작된 나노 벤토나이트 시추이수의 전단응력에 따른 점도값을 나타낸 그래프이다.

[108] 여기에서, (a)는 아무 처리하지 않은 3wt% 질량분율의 일반 벤토나이트이고, (b)는 아무 처리하지 않은 5wt% 질량분율의 일반 벤토나이트이고, (c)는 블레이드 타입의 호모믹서로 2시간 처리된 3wt% 질량분율의 벤토나이트이며, (d)는 블레이드 타입의 호모믹서로 4시간 처리된 3wt% 질량분율의 벤토나이트이다.

[109] 여기에서, 시료 (c)와 (d)의 점도 거동은 스테이터-로터 타입의 호모믹서로 처리된 데이터와 비슷한 양상을 나타내고 있으며, 벤토나이트의 입자를 작게 제조할 수 있고 시추이수의 점도를 증가시킬 수 있다는 것을 보여주고 있다.

[110] 5. 시추이수의 전단담화 현상 정량화 비교

[111] 시추이수는 통상적으로 저전단일 때 점도가 높고 고전단일 때 점도가 낮은 즉, 전단속도에 따라 점도가 급격히 떨어질수록 시추이수로서 성능이 좋다고 볼 수 있다. 이를 수치적으로 표현하기 위하여 다음과 같은 작업을 진행하였다.

[112] 유변물성 측정결과를 정량적으로 비교하고, 점도가 전단율에 따라 감소하는 전단담화 현상을 수치적으로 비교하기 위해 전단율과 점도를 표현할 수 있는 간단한 멍급수 모델(Power law)을 적용하였다. Log 스케일에서는 k는 전체 값이 일정하게 증가되게 하는 상수이고 n은 기울기를 의미하는데 n이 작을수록 점도가 급격하게 감소하여 전단담화 현상이 두드러지게 나타나는 경향을 보인다. 실시예 및 비교예의 유변물성을 측정 시 전단율에 따른 점도값을 curve fitting하여 수식으로 나타내어 정량적인 비교를 수행하였고, n 값을 계산한 결과는 아래의 표와 같다.

[113] $y = k \times x^{(n-1)}$ [일반적인 멍급수 모델(power-law model)]

[114] 여기서 y는 점도, x는 전단율(shear rate)을 의미함. k와 n은 상수)

[115] [표1]

시료	농도	처리방식	처리시간	Fitting 기울기 함수, n의 값
실시예 1	5wt%	없음	없음	$y = 6.4144x^{-0.853}$, n=0.147
실시예 2	3wt%	없음	없음	$y = 0.9086x^{-0.784}$, n=0.216
실시예 3	5wt%	초음파 처리	2시간	$y = 17.186x^{-0.931}$, n=0.069
실시예 4	5wt%	초음파 처리	4시간	$y = 26.841x^{-0.951}$, n=0.049
실시예 5	3wt%	호모믹서 A	2시간	$y = 2.6321x^{-0.929}$, n=0.071
실시예 6	3wt%	호모믹서 A	4시간	$y = 3.8099x^{-0.964}$, n=0.036
실시예 7	3wt%	호모믹서 B	2시간	$y = 1.7758x^{-0.915}$, n=0.085
실시예 8	3wt%	호모믹서 B	4시간	$y = 2.4706x^{-0.943}$, n=0.057

[116] 여기에서, 호모믹서 A는 스테이터-로터 타입의 호모믹서이고, 호모믹서 B는 블레이드 타입의 호모믹서이다. 아무것도 처리하지 않은 실시예 1과 초음파 처리를 수행한 실시예 3,4를 비교해 보았을 때, 초음파 처리시간의 증가에 따라 n의 값이 줄어드는 것을 확인할 수 있다. 이는 초음파 처리 시간의 증가에 따라 전단담화 현상이 강화됨을 정량적 비교를 통해 보여주는 것이다.

[117] 또한, 아무것도 처리하지 않은 실시예 2와 호모믹서 처리한 실시예 5,6과 실시예 7,8을 비교해보면, 호모믹서 처리 시간의 증가에 따라 n의 값이 선형적으로 감소하는 것을 볼 수 있다.

[118] 결론적으로, 본 발명에 따른 초음파 또는 호모믹서 처리를 통하여 벤토나이트를 나노 입자크기로 제조하는 경우, 전단담화 현상이 강화되는 것을 fitting을 통한 수치적 데이터를 통해서도 확인할 수 있다.

[119] 한편, 도 13 및 도 14는 본 발명에 따른 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법에 있어 스테이터-로터 타입의 호모믹서 사용에 의한 실시예를 추가한 것으로서, 도 13에서 보여주는 바와 같이 회전부에 대해 스테이터-로터 타입의 호모믹서를 사용 및 6000rpm의 회전속도를 적용하였다.

[120] 여기에서, 스테이터의 직경은 40.6[mm]이고, 로터의 직경은 33[mm]이며, 스테이터의 간격은 1.3[mm], 로터의 간격은 1.4[mm], 스테이터와 로터 사이의 간격은 0.8[mm]이다.

[121] 또한, 13의 (b)에서 보여주는 바와 같이, 스테이터-로터의 3차원 구조는 스테이터와 로터가 형성하는 여러 겹의 전단 갭(shear gap)이 존재하는 것으로서, 이는 고속 회전에 따라 강한 난류 전단응력이 발생하고, 스테이터의 갭을 따라 난류제트가 형성되므로 벤토나이트 입자 분산이 이루어지고 입자의 나노화를 수행할 수 있게 된다.

[122] 도 14는 본 발명에 있어 스테이터-로터 타입 호모믹서 측 상술한 메카니즘을 확인하기 위한 수치해석 결과를 나타낸 도면이다.

- [123] 호모믹서에 의해 발생하는 난류 제트와 난류응력 등의 데이터를 확인하기 위해 COMSOL Multiphysics 5.5를 사용하여 유동수치해석을 수행하였으며, 호모믹서의 경우 주기적인 형상을 보유하고 있고 전체적인 형상을 해석한 결과와 비교하였을 때 결과의 차이가 없었기 때문에 1/4의 영역만 해석하였다.
- [124] 여기에서, 경계조건의 경우 로터 부분을 rotating domain으로 설정하여 회전속도를 부여하고 옆면의 wall의 경우 rotational periodicity boundary condition을 설정하였다. 호모믹서의 특성상 로터가 고속회전을 하게 되면 내부의 유체가 밖으로 밀려나가면서 호모믹서 하부에 있던 고체와 액체가 호모믹서 내부로 들어오게 되며 강한 제트와 함께 외부로 방출된다. 따라서 윗면과 아랫면에는 boundary stress free 조건을 사용하여 유체가 호모믹서 내부로 들어가고 제트를 형성하도록 하였다.
- [125] 도 14의 (b)는 회전속도 6,000rpm일 때 5wt% 농도를 갖는 나노 벤토나이트 시추이수의 유동 패턴(flow pattern)을 나타낸 것으로서, xy plane에서 바닥에서부터 높이가 2/3인 지점의 속도장으로부터 나타낸 유동 패턴은 제트와 난류를 포함하고 있다. 중심으로부터 첫번째 및 세번째 톱니가 로터(rotor)이고 두번째 및 네번째 톱니가 스테이터로서, 중심과 가까운 첫번째 톱니인 로터가 회전하면 두번째 톱니인 스테이터의 끝부분과 마주하게 되어 유동이 방출되는데, 세번째 톱니인 로터와 부딪히면서 순환유동이 발생하고 세번째 톱니인 로터가 회전하면서 중심으로부터 가장 멀리 위치한 스테이터의 끝부분과 마주하게 되어 난류 제트가 방출된다.
- [126] 즉, 본 발명에 있어 호모믹서 처리를 통해 벤토나이트 입자 분산이 이루어지고 입자의 나노화를 수행할 수 있음을 확인할 수 있다.
- [127] 이상에서 설명한 실시예는 본 발명의 바람직한 실시예를 설명한 것에 불과하고 이러한 실시예에 극히 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 기술적 사상과 청구범위 내에서 이 기술분야의 당해업자에 의하여 다양한 수정과 변형 또는 단계의 치환 등이 이루어질 수 있다 할 것이며, 이는 본 발명의 기술적 권리범위 내에 속한다 할 것이다.

산업상 이용가능성

- [128] 본 발명은 나노 점토광물 기반의 시추이수를 제공하되 동일 사용중량 대비 점도를 증가시킬 수 있도록 하고 전단담화 현상을 개선시킬 수 있도록 하며 사용량을 기존에 비해 더 적게 사용하면서도 더 높은 농도의 개선된 물성을 갖게 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 및 제조방법에 관한 것으로서, 바로 시추이수로 사용 가능한 상태로 제공하는 등 산업상 이용 가능성이 높다.

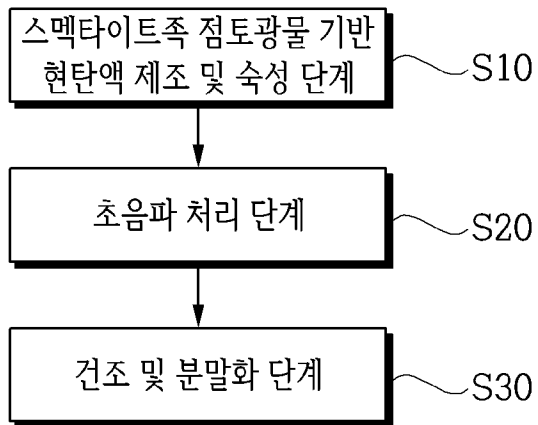
청구범위

- [청구항 1] 용매 및 스�멕타이트족 점토광물 나노입자를 포함하여 이루어지되,
상기 용매는 증류수 또는 소금물이고,
상기 스�멕타이트족 점토광물 나노입자의 크기는 10nm 내지 10 μ m인 것을
특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수.
- [청구항 2] 제 1항에 있어서,
상기 용매는 90wt% 내지 99.9wt%이고,
상기 스�멕타이트족 점토광물 나노입자는 0.1wt% 내지 10wt%로 혼합된
것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수.
- [청구항 3] 제 1항에 있어서,
상기 스�멕타이트족 점토광물은,
벤토나이트, 몬트모릴로나이트, 새포나이트, 헥토라이트, 미네소타이트,
논트로나이트 및 바이텔라이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종
이상인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수.
- [청구항 4] 제 1항에 있어서,
상기 시추이수는,
분말상 또는 액상 타입인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의
시추이수.
- [청구항 5] (A) 스�멕타이트족 점토광물을 용매에 혼합하여 현탁액을 만든 후, 점토 및
분산 안정화를 위해 24시간 내지 48시간 숙성시키는 단계;
(B) 상기 현탁액을 초음파장비에 투입한 후 60W 내지 70W의 초음파
세기로 2시간 내지 10시간 동안 초음파 처리하여 현탁액 내 스�멕타이트족
점토광물을 나노입자화시킴으로써 스�멕타이트족 점토광물 나노입자로
만드는 단계; 를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의
시추이수 제조방법.
- [청구항 6] 제 5항에 있어서,
(C) 상기 스�멕타이트족 점토광물 나노입자를 갖는 현탁액을 건조 처리 및
분말화시키는 단계; 를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물
기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 7] 제 5항에 있어서,
상기 (A)단계에서는,
97wt% 내지 99wt%의 용매와, 0.1wt% 내지 3wt%의 스�멕타이트족
점토광물을 혼합하는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의
시추이수 제조방법.
- [청구항 8] 제 5항에 있어서,
상기 스�멕타이트족 점토광물은,
벤토나이트, 몬트모릴로나이트, 새포나이트, 헥토라이트, 미네소타이트,

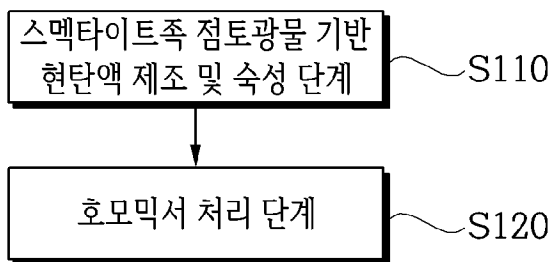
- 논트로나이트 및 바이텔라이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 9] 제 5항에 있어서,
상기 (B)단계에서,
초음파 처리시 에너지 소산은 10^3W/kg 내지 10^6W/kg 인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 10] 제 5항에 있어서,
상기 스펙타이트족 점토광물 나노입자는 10nm 내지 $10\mu\text{m}$ 의 크기인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 11] 제 6항에 있어서,
상기 (C)단계에서는,
스펙타이트족 점토광물 나노입자를 갖는 현탁액을 오븐에 넣고 90°C 내지 110°C 조건에서 건조시킨 후, 블렌더 또는 믹서기를 이용하여 분말화시키는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 12] (A) 스펙타이트족 점토광물을 용매에 혼합하여 현탁액을 만든 후, 점도 및 분산 안정화를 위해 24시간 내지 48시간 숙성시키는 단계;
(B) 상기 현탁액을 호모믹서에 투입한 후 2시간 내지 4시간 동안 믹싱 처리하여 현탁액 내 스펙타이트족 점토광물을 나노입자화시킴으로써 스펙타이트족 점토광물 나노입자로 만드는 단계; 를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 13] 제 12항에 있어서,
상기 (A)단계에서는,
 $90\text{wt}\%$ 내지 $99.9\text{wt}\%$ 의 용매와, $0.1\text{wt}\%$ 내지 $10\text{wt}\%$ 의 스펙타이트족 점토광물을 혼합하는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 14] 제 12항에 있어서,
상기 스펙타이트족 점토광물은,
벤토나이트, 몬트모릴로나이트, 세포나이트, 헥토라이트, 미네소타이트, 논트로나이트 및 바이텔라이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 15] 제 12항에 있어서,
상기 스펙타이트족 점토광물 나노입자는 10nm 내지 $10\mu\text{m}$ 의 크기인 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.
- [청구항 16] 제 12항에 있어서,
상기 호모믹서는,
블레이드 타입 또는 스테이터-로터 타입의 회전부를 갖는 것을 특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.

[청구항 17] 제 12항에 있어서,
상기 (B)단계는,
호모믹서의 에너지 소산 10^3W/kg 내지 10^6W/kg 조건에서 실시하는 것을
특징으로 하는 나노 점토광물 기반의 시추이수 제조방법.

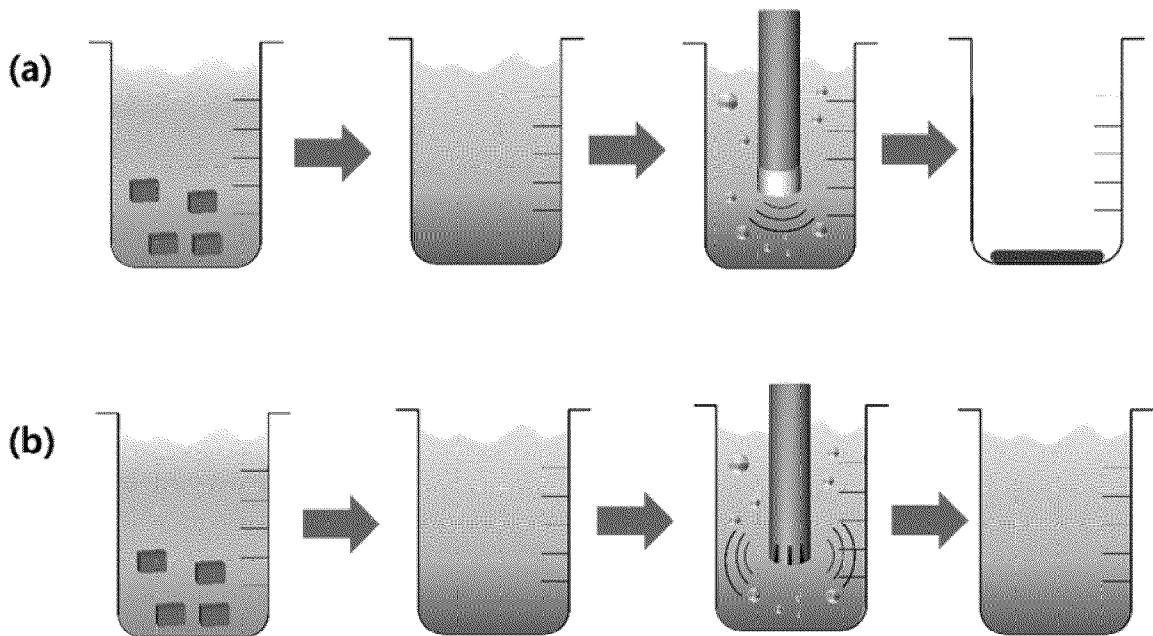
[도1]



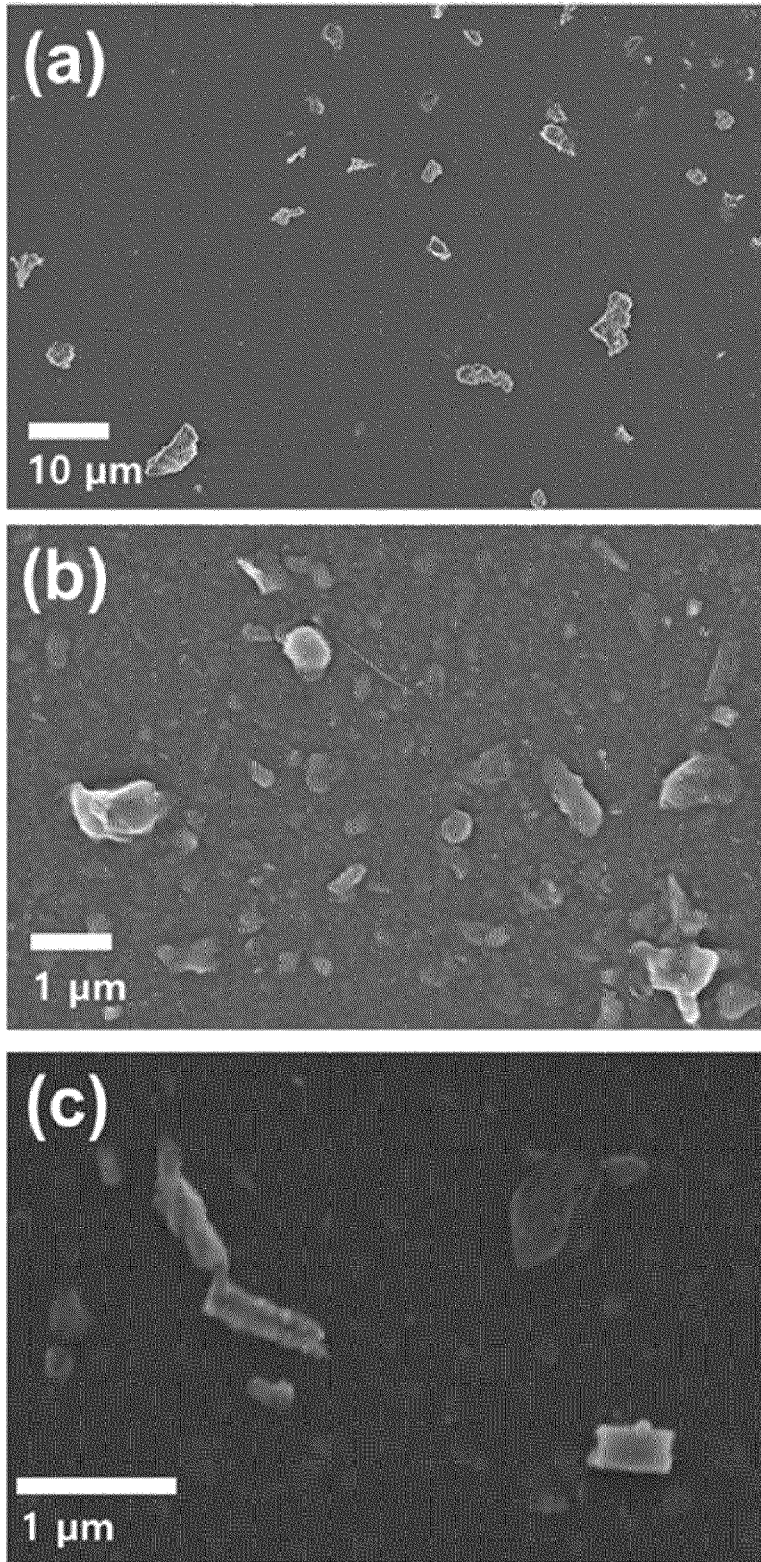
[도2]



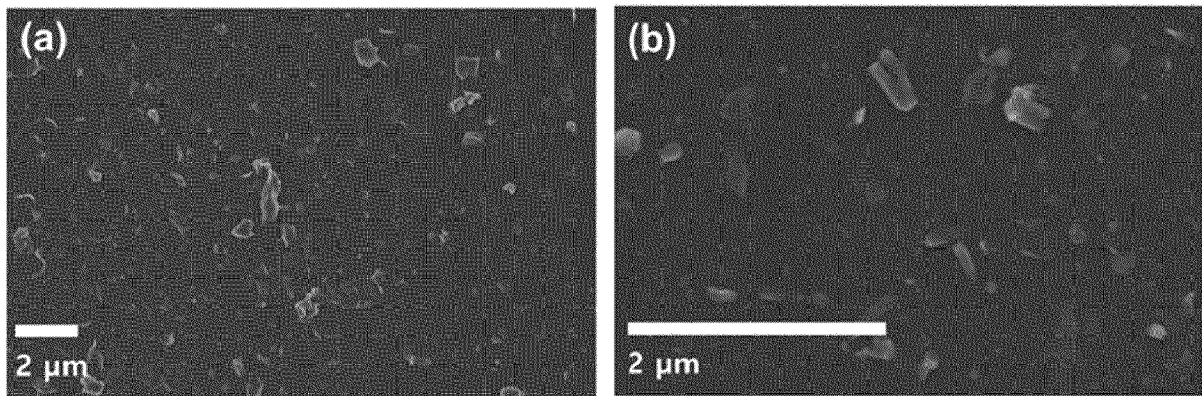
[도3]



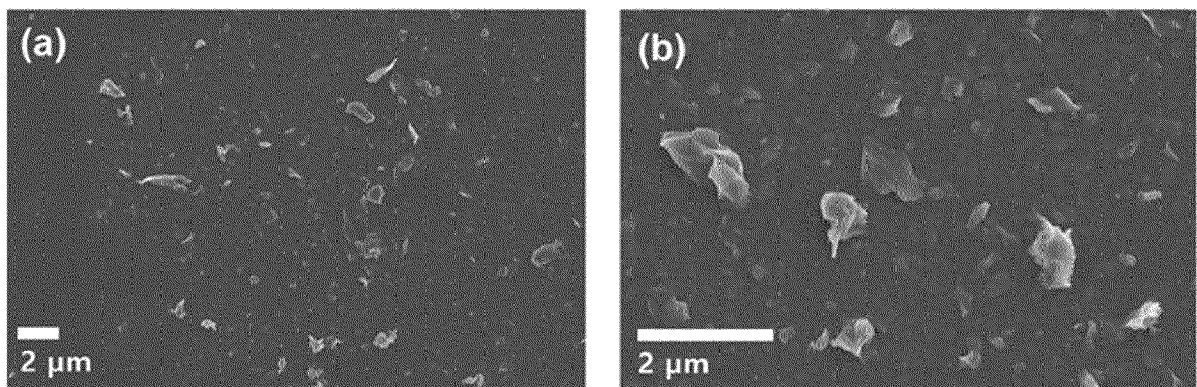
[도4]



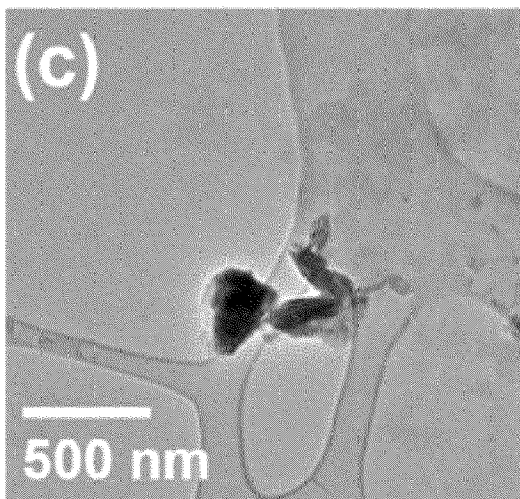
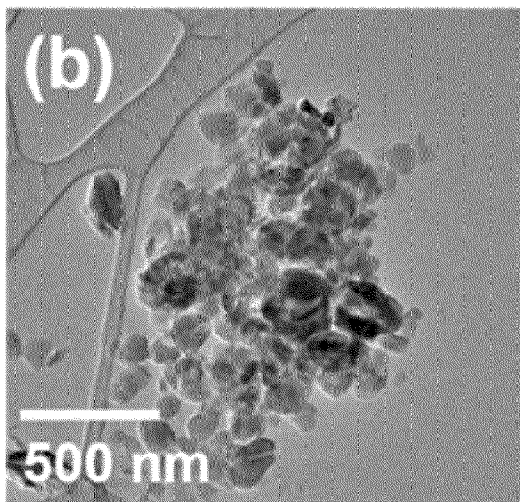
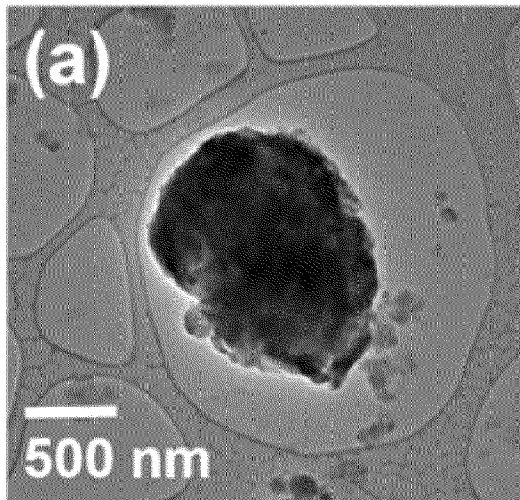
[도5]



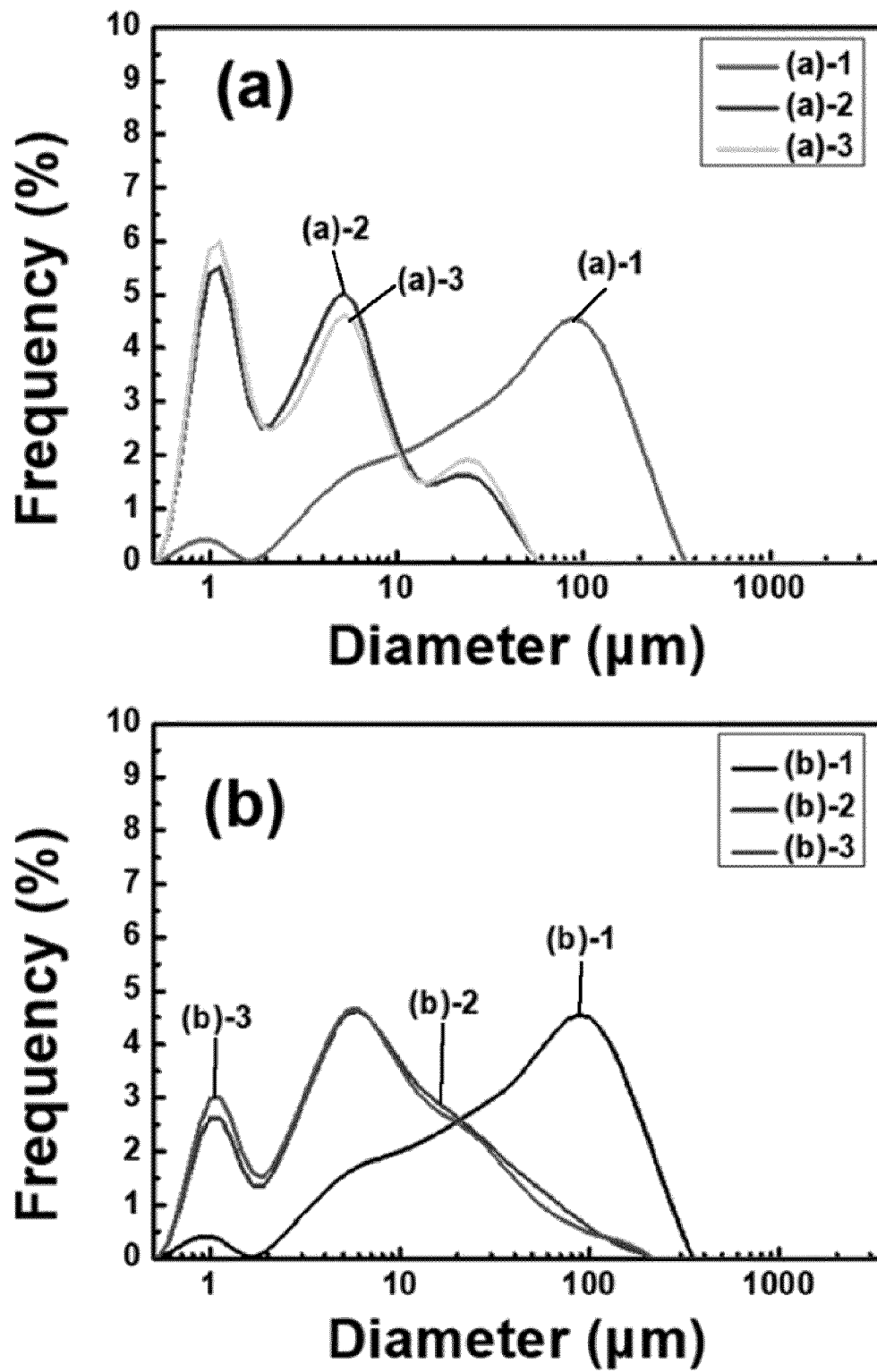
[도6]



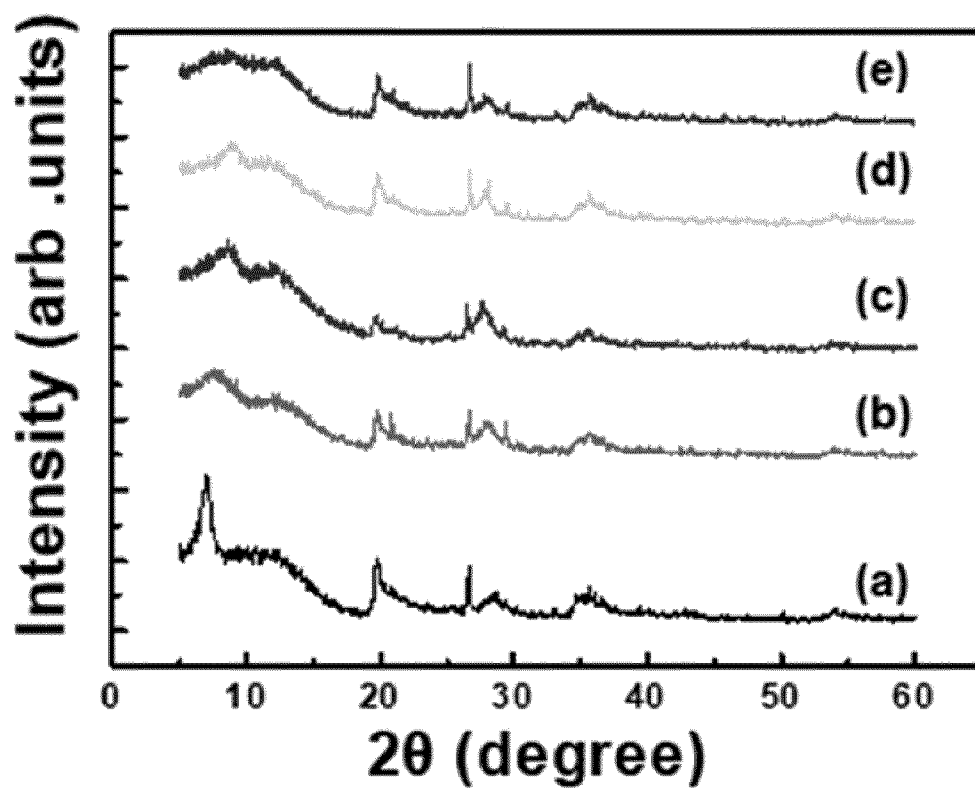
[도7]



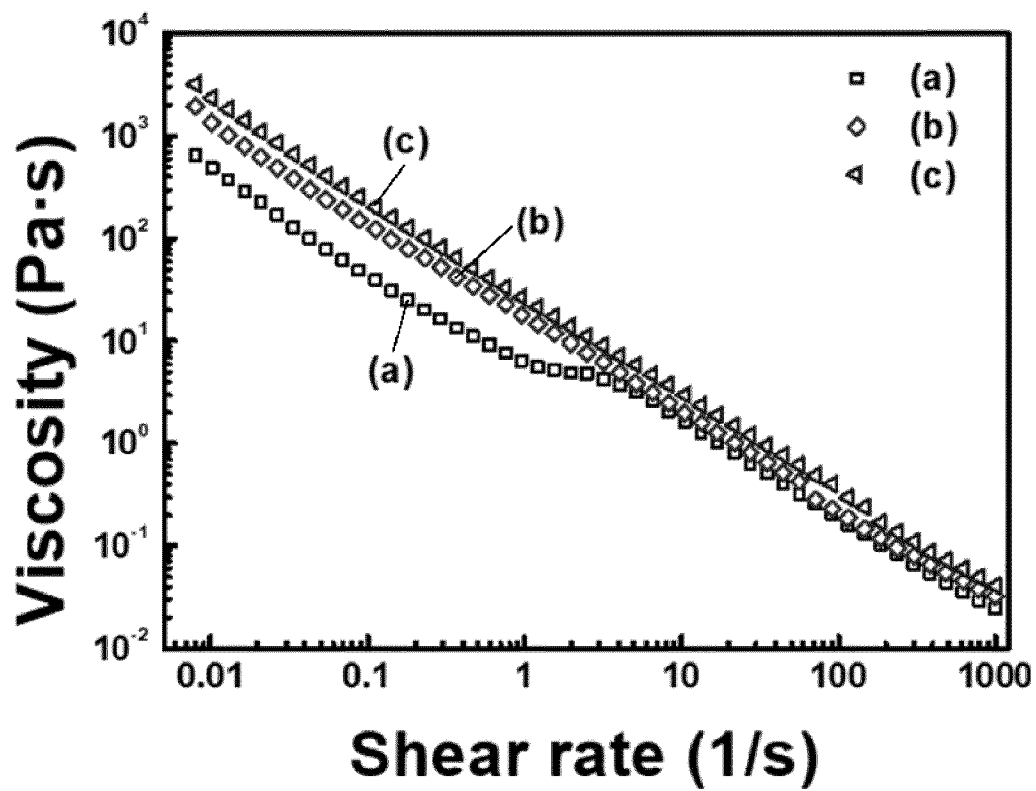
[도8]



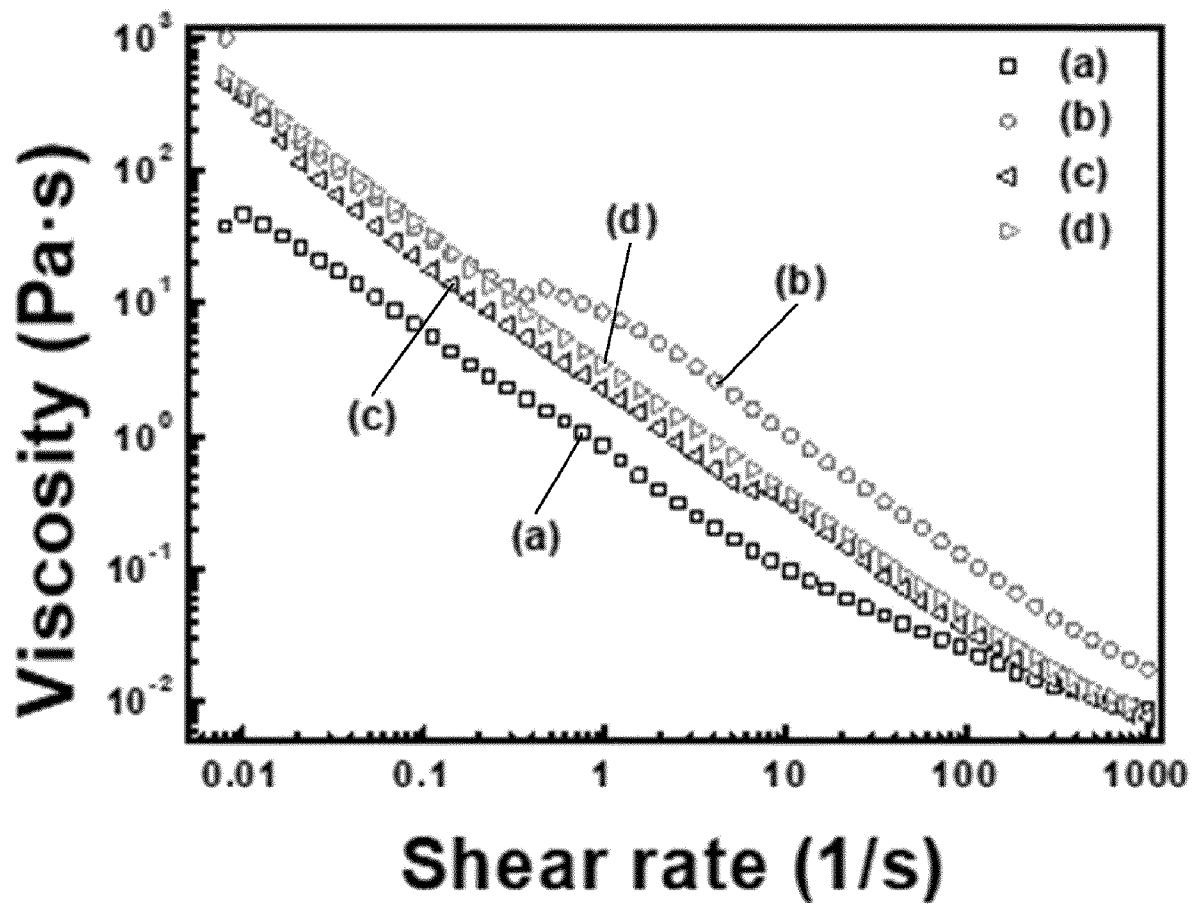
[도9]



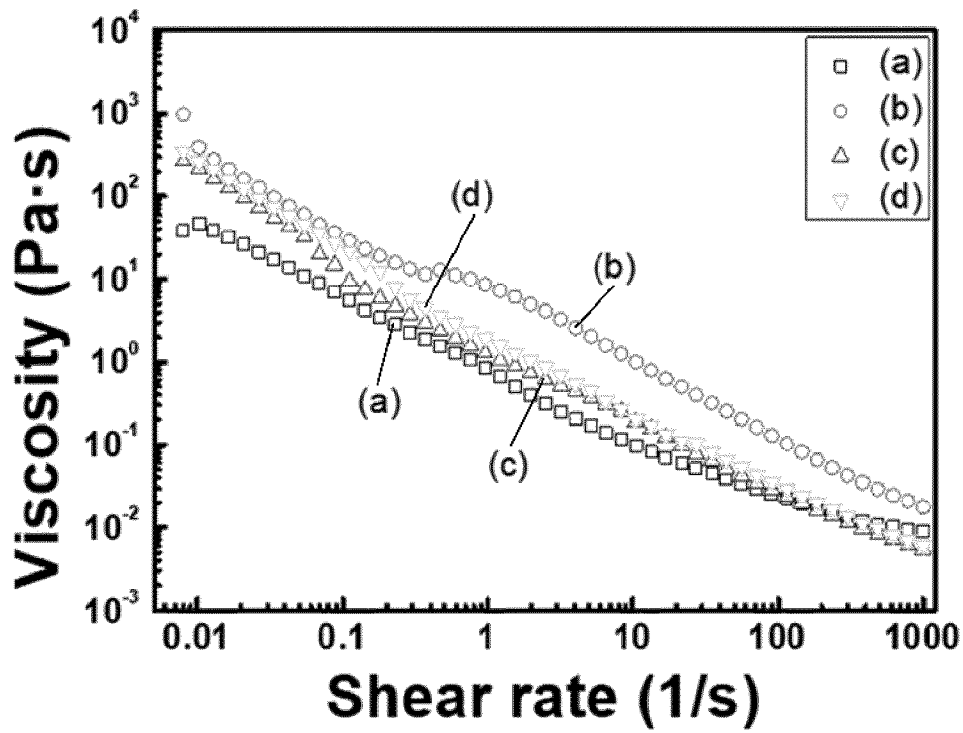
[도10]



[도11]

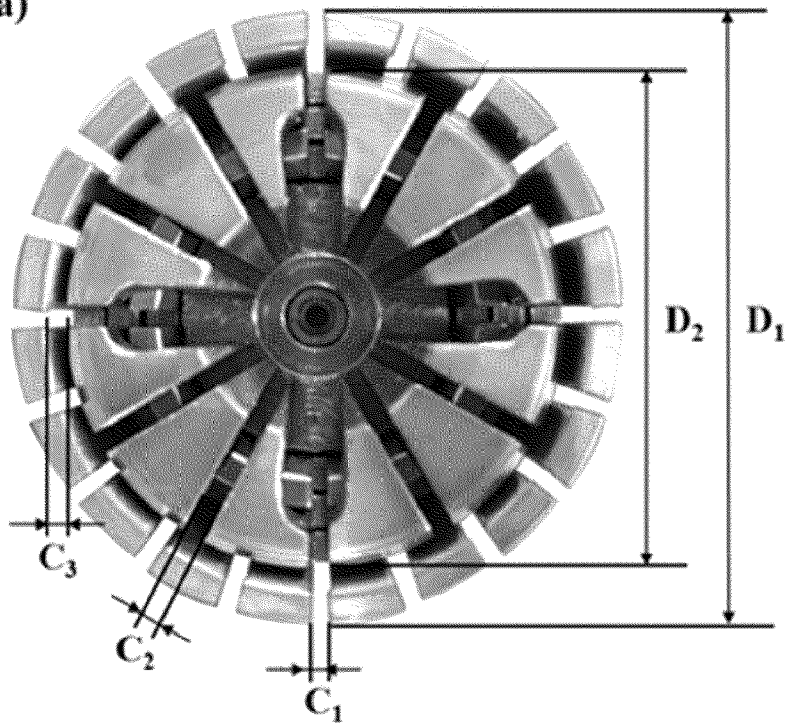


[도12]

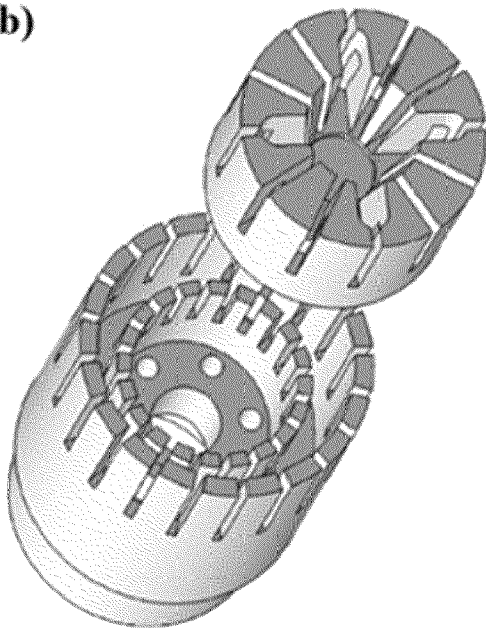


[도13]

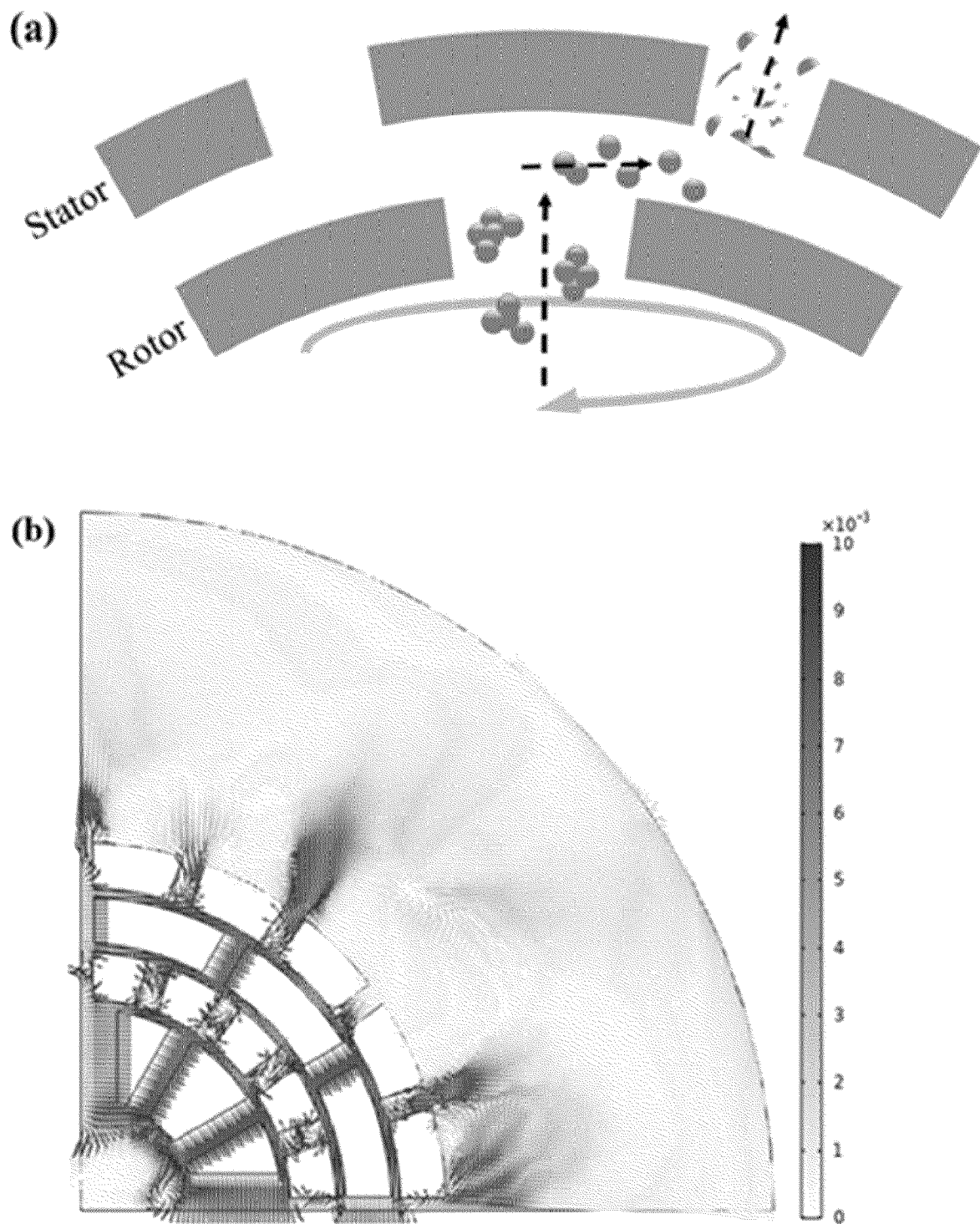
(a)



(b)



[도14]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2022/017237

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K 8/14(2006.01); C09K 8/03(2006.01);

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 8/14(2006.01); B82B 3/00(2006.01); B82Y 30/00(2011.01); C08F 2/56(2006.01); C08G 63/181(2006.01);
C09D 1/00(2006.01); C09K 8/16(2006.01); C09K 8/46(2006.01)

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

Korean utility models and applications for utility models: IPC as above
Japanese utility models and applications for utility models: IPC as above

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

eKOMPASS (KIPO internal) & keywords: 스펙타이트(smectite), 점토(clay), 물(water), 나노입자(nanoparticle), 시추이수
(drilling fluid), 초음파(ultrasound), 호모믹서(homomixer)**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	US 2012-0186494 A1 (RODDY, Craig W. et al.) 26 July 2012 (2012-07-26) See paragraphs [0010], [0020], [0021] and [0030]; claims 1, 4 and 6; and table 1.	1-4 5-17
Y	KR 10-2020-0132334 A (CHUNG ANG UNIVERSITY INDUSTRY ACADEMIC COOPERATION FOUNDATION) 25 November 2020 (2020-11-25) See paragraphs [0024], [0026] and [0056]; and claims 6 and 10.	5-17
Y	KR 10-2003-0059671 A (LEE, Jae Wook et al.) 10 July 2003 (2003-07-10) See paragraphs [0006], [0007] and [0023].	5-11
Y	KR 10-2020-0034926 A (DONGGUK UNIVERSITY INDUSTRY-ACADEMIC COOPERATION FOUNDATION) 01 April 2020 (2020-04-01) See paragraphs [0042]-[0050] and [0126].	12-17



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

14 February 2023

Date of mailing of the international search report

14 February 2023

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon Building 4, 189 Cheongsaro, Seo-gu, Daejeon 35208

Facsimile No. +82-42-481-8578

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2022/017237

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KR 10-2005-0071164 A (HYOSUNG CORPORATION) 07 July 2005 (2005-07-07) See entire document.	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2022/017237

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
US	2012-0186494	A1	26 July 2012	AU	2010-299649	A1	12 April 2012
				AU	2010-299649	B2	20 March 2014
				BR	112012006871	A2	07 June 2016
				CA	2681606	A1	20 November 2008
				CA	2681606	C	06 November 2012
				CA	2847401	A1	31 March 2011
				CA	2847401	C	16 September 2014
				CA	2847489	A1	31 March 2011
				CA	2847489	C	30 September 2014
				CA	2847647	A1	31 March 2011
				EP	2480620	A1	01 August 2012
				EP	2480620	B1	08 January 2020
				MY	157489	A	15 June 2016
				MY	175870	A	14 July 2020
				US	2010-0025039	A1	04 February 2010
				US	8586512	B2	19 November 2013
				US	8603952	B2	10 December 2013
				WO	2011-036463	A1	31 March 2011
KR	10-2020-0132334	A	25 November 2020	KR	10-2289654	B1	13 August 2021
KR	10-2003-0059671	A	10 July 2003	KR	10-0457854	B1	18 November 2004
KR	10-2020-0034926	A	01 April 2020	KR	10-2336187	B1	09 December 2021
				WO	2020-060032	A1	26 March 2020
KR	10-2005-0071164	A	07 July 2005	None			

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC)) C09K 8/14(2006.01)i; C09K 8/03(2006.01)i		
B. 조사된 분야 조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재) C09K 8/14(2006.01); B82B 3/00(2006.01); B82Y 30/00(2011.01); C08F 2/56(2006.01); C08G 63/181(2006.01); C09D 1/00(2006.01); C09K 8/16(2006.01); C09K 8/46(2006.01) 조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌 한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우)) eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 스멕타이트(smectite), 점토(clay), 물(water), 나노입자(nanoparticle), 시추이수(drilling fluid), 초음파(ultrasound), 호모믹서(homomixer)		
C. 관련 문헌		
카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	US 2012-0186494 A1 (RODDY, CRAIG W. 등) 2012.07.26 단락 [0010], [0020], [0021], [0030]; 청구항 1, 4, 6; 및 표 1 참조.	1-4
A		5-17
Y	KR 10-2020-0132334 A (중앙대학교 산학협력단) 2020.11.25 단락 [0024], [0026], [0056]; 및 청구항 6, 10 참조.	5-17
Y	KR 10-2003-0059671 A (이재욱 등) 2003.07.10 단락 [0006], [0007], [0023] 참조.	5-11
Y	KR 10-2020-0034926 A (동국대학교 산학협력단) 2020.04.01 단락 [0042]-[0050], [0126] 참조.	12-17
A	KR 10-2005-0071164 A (주식회사 효성) 2005.07.07 전체 문헌 참조.	1-17
☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. ☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.		
* 인용된 문헌의 특별 카테고리: “A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌 “D” 본 국제출원에서 출원인이 인용한 문헌 “E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌 “L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌 “O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌 “P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌 “T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌 “X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다. “Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다. “&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌		
국제조사의 실제 완료일 2023년02월14일(14.02.2023)		국제조사보고서 발송일 2023년02월14일(14.02.2023)
ISA/KR의 명칭 및 우편주소 대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사) 팩스 번호 +82-42-481-8578		심사관 허주형 전화번호 +82-42-481-5373

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
US 2012-0186494 A1	2012/07/26	AU 2010-299649 A1	2012/04/12
		AU 2010-299649 B2	2014/03/20
		BR 112012006871 A2	2016/06/07
		CA 2681606 A1	2008/11/20
		CA 2681606 C	2012/11/06
		CA 2847401 A1	2011/03/31
		CA 2847401 C	2014/09/16
		CA 2847489 A1	2011/03/31
		CA 2847489 C	2014/09/30
		CA 2847647 A1	2011/03/31
		EP 2480620 A1	2012/08/01
		EP 2480620 B1	2020/01/08
		MY 157489 A	2016/06/15
		MY 175870 A	2020/07/14
		US 2010-0025039 A1	2010/02/04
		US 8586512 B2	2013/11/19
		US 8603952 B2	2013/12/10
		WO 2011-036463 A1	2011/03/31
KR 10-2020-0132334 A	2020/11/25	KR 10-2289654 B1	2021/08/13
KR 10-2003-0059671 A	2003/07/10	KR 10-0457854 B1	2004/11/18
KR 10-2020-0034926 A	2020/04/01	KR 10-2336187 B1	2021/12/09
		WO 2020-060032 A1	2020/03/26
KR 10-2005-0071164 A	2005/07/07	없음	