



UDC 622.245.422

## ZACZYNY CEMENTOWE DO USZCZELNIANIA GŁĘBOKICH OTWORÓW WIERTNICZYCH

**Marcin Rzepka,**

Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy, Polska.

**Marcin Kremieniewski,**

Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy, Polska.

Artykuł przedstawia zagadnienia dotyczące uszczelniania głębokich kolumn rur eksploatacyjnych. Przedstawione zostały wyniki badań receptur zaczynów cementowych stosowanych podczas uszczelniania otworów w Polsce w okresie ostatnich lat. Przeprowadzone zostały badania laboratoryjne w zakresie temperatur od 90 do 120°C w ciśnieniach od 60 do 70 MPa. Receptury zaczynów opracowane zostały w ramach współpracy Instytutu Nafty i Gazu PIB Oddział Krosno z Serwisem Cementacyjnym grupy EXALO. Zaczyny sporządzane były na bazie 10% solanki NaCl. Głównymi dodatkami zaczynów był:

- lateks w ilości 20 – 25% (zapobiegający migracji gazu i obniżający filtrację);
- mączka krzemionkowa (podnosząca odporność termiczną stwardniałego zaczynu cementowego w wysokiej temperaturze);
- hematyt (materiał obciążający dodawany w ilości od 30 do 110% w stosunku do masy cementu);
- mikrocement (doszczelniający matrycę cementową).

Spoiwem wiążącym był cement wiertniczy G HSR, spełniający wymagania normy PN-EN ISO 10426-1 „Przemysł naftowy i gazowniczy” – Cementy i materiały do cementowania otworów. Zaprezentowane zaczyny posiadały gęstości w granicach od 2050 do 2350 kg/m<sup>3</sup>, lepkości plastyczne około sto kilkadziesiąt mPa.s i czasy gęstnienia wynoszące od około trzech i pół do około sześciu godzin. Filtracje zaczynów zawierały się w przedziale 30 do 40 cm<sup>3</sup>/30 min, ponadto zaczyny charakteryzowały się zerowym odstożem wody. Stwardniałe zaczyny cementowe wykazywały wysoką (często przekraczającą 30 MPa) wytrzymałość na ściskanie.

Dzięki prowadzonym w INiG PIB szczegółowym badaniom zaczynów oraz stwardniałych zaczynów cementowych, a także poprzez realizację wielu prac mających na celu doskonalenie receptur zaczynów, jakość cementownia głębokich kolumn rur eksploatacyjnych udostępniających złoża węglowodorów, systematycznie poprawia się.

## ЦЕМЕНТНІ РОЗЧИНИ ДЛЯ ГЕРМЕТИЗАЦІЇ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ КОЛОН ГЛИБОКИХ СВЕРДЛОВИН

**Марцин Ржепка,**

Інститут нафти і газу - Державний дослідницький інститут, Польща.

**Марцин Кременевскі,**

Інститут нафти і газу - Державний дослідницький інститут, Польща.

У статті представлені питання, що стосуються герметизації глибоких експлуатаційних колон. Зокрема, подана рецептура цементних розчинів використовуваних у Польщі в останні роки в процесі цементування свердловин. Лабораторні випробування були проведені в інтервалі температур від 90 до 120 ° C при тиску від 60 до 70 МПа. Рецепти розчинів були розроблені у співпраці Державного дослідницького Інституту нафти і газу, відділення Кросно з Цементацийною Службою групи EXALO. Суспензії були приготовлені на основі 10% розчину NaCl. Використовували суспензію:

- латекс в кількості 20 - 25% (запобігає міграції газу і зменшує фільтрацію);
- кремнеземне борошно (підвищення термічного опору затверділої цементної пасти при високій температурі);

- гематит (завантаження матеріалу в кількості від 30 до 110% по відношенню до маси цементу);
- мікроцемент (уцільнює цементну матрицю).

В'язучим компонентом використано цемент G HSR, що задовольняє вимогам ISO 10426-1 «Нафтова і газова промисловість» - цементу і матеріалу для цементування свердловин. Представлені суспензії мають густину в діапазоні від 2050 до 2350 кг / м<sup>3</sup>, пластична в'язкість приблизно декілька сотень мПа·с · тривалість затвердіння – від приблизно тьох з половиною до близько шести годин. Фільтрування суспензії в межах від 30 до 40 см<sup>3</sup>/30 хв, додатково цементні розчини характеризуються нульовим відстоєм води. Затверділий цементний камінь мав високу (часто перевищує 30 МПа) міцність на стиск.

Завдяки Державному дослідницькому Інституту нафти і газу, де провели детальні дослідження цементного розчину і цементного каменю, а також завдяки реалізації ряду робіт, спрямованих на поліпшення рецептур цементних розчинів, якість герметизації глибоких експлуатаційних колон на діючих родовищах вуглеводнів постійно поліпшується.

## 1. Wprowadzenie

Z biegiem lat wzrastają wymagania dotyczące skuteczności uszczelniania przestrzeni pierścieniowej w otworach wiertniczych. Dotyczą one przede wszystkim kolumn rur eksploatacyjnych w otworach obejmujących złoża ropy i gazu (1, 2). Jest to spowodowane dużymi kosztami związanymi z dodatkowym uszczelnianiem odwiertu oraz sporymi trudnościami przy usuwaniu ekshalacji i wypływów medium złożowego z przestrzeni międzyrurowych oraz położonych poza rurami. Jest to wynikiem złego przeprowadzenia cementowania, zwłaszcza w strefach horyzontów produkcyjnych. Z tego względu niezmiernie ważnym czynnikiem jest prawidłowe przeprowadzenie cementowania przestrzeni pierścieniowej, co zapewni długi okres „życia” odwiertu oraz pozwala na uzyskanie dużej produkcji węglowodorów przez szereg lat.

W zdecydowanej większości otworów wierconych na Niżu Polskim główne problemy w trakcie procesu wiercenia i cementowania sprawiają warunki geologiczne, występujące w utworach cechsztynu (3, 4). Na głębokości przekraczającej trzy metry występuje bowiem szereg problemów, z których najważniejsze są następujące:

- nienormalnie wysokie gradienty ciśnienia złożowego i ciśnienia szczelinowania (na przykład w dolomicie gradient ciśnienia złożowego wynosi około 0,017 – 0,022 MPa/m, natomiast gradient ciśnienia szczelinowania około 0,020 – 0,024 MPa/m). Te gradienty wpływają na konieczność zastosowania bardzo dużych ciężarów właściwych stosowanych cieczy wiertniczych (płuczki, buforu, zaczynu cementowego),
- wysokie temperatury na dnie otworu wiertniczego wynoszące około 100 – 120°C,

- aktywne czerwone lub szare ily solne, zmuszające do stosowania zasolonej płuczki i zaczynu cementowego,
- możliwości dopływu solanek (wód złożowych) o nienormalnie wysokim ciśnieniu,
- duże stężenia siarkowodoru w płynach złożowych (zawartość H<sub>2</sub>S może wynosić nawet około 15% objętości gazu),
- duże zawartości soli magnezowych i potasowych w cieczach wiertniczych, o dużym działaniu korozyjnym.

Występują także dodatkowe problemy związane z powstaniem niezamierzonych krzywizn otworu, występowaniem kawern lub wrębów bądź też złe centralne ułożenie kolumny rur, które może się pojawić podczas wiercenia, głównie końcowego odcinka otworu wiertniczego.

Wszystkie te utrudnienia natury geologicznej – technicznej narzucają projektantowi oraz wykonawcy procesu cementowania specjalne wymagania, dotyczące używanego sprzętu, a także konieczność szczegółowej kontroli właściwości zaczynu cementowego w trakcie cementacji oraz po stwardnieniu.

Poziomy eksploatacyjne w głębokich otworach wiertniczych udostępniane są głównie podczas wiercenia otworu świdrem o średnicy, umożliwiającej zapuszczenie kolumny rur o średnicy 7". Cementowanie odbywa się często na zakładkę (długość zakładki wynosi ok. 200 do 300 metrów) w kolumnie rur okładzinowych o średnicy 9 5/8" usadawianej w stropie cechsztynu na głębokości około 2600 – 2700 metrów. W pewnych przypadkach zapuszcza się i wykonuje cementowanie kolumny rur traconych 7", które podwieszono są w kolumnie rur okładzinowych 9 5/8", za pomocą wieszaka rurowego (4).

W tablica 1 ukazuje zestawienie wybranych otworów wiertniczych o dużej głębokości, w których wykonano cementowanie eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych o średnicy 7", w okresie ostatnich lat (11).

**Tabl. 1 Wybrane otwory wiertnicze na Niżu Polskim, w których prowadzono cementowanie rur okładzinowych o średnicy 7” w latach 2013 - 2015.**

Oznaczenie otworu (miesiąc i rok wykonania cementowania rur o średnicy 7’’)	Głębokość zapuszczenia kolumny rur eksploatacyjnych o średnicy 7’’, [m]	Gęstość zaczynu cementowego, [kg/m <sup>3</sup> ]	Zmienna temperatura panująca na dnie otworu, [°C]	Ciśnienie, przy którym prowadzono badania zaczynu cementowego, [MPa]
L-2K (XI-2013)	3690	2420	120	84
D-31K (III-2014)	3285	2100	90	67
SG-11K (XII-2014)	3525	2160	110	76
L-13K (XII-2014)	3455	2100	110	76
L-11H (V-2015)	3620	2150	110	76
B-22K (VIII-2015)	3310	2160	120	70

**2. Zaplecze aparaturowe Laboratorium Zaczynów Uszczelniających INiG – PIB.**

W Laboratorium Zaczynów Uszczelniających Instytutu Nafty i Gazu – PIB znajduje się specjalistyczna aparatura badawcza zapewnia wykonywanie innowacyjnych prac naukowych jak i serwisowych dla przemysłu, umożliwiających ciągły rozwój stosowanych obecnie zaczynów cementowych a także polepszenie jakości

cementowania otworów wiertniczych. Laboratorium gwarantuje szeroki zakres badań dla różnorodnych warunków otworopodobnych tym samym zapewniając najlepsze zaplecze naukowo-badawcze.

Za pomocą aparatury przedstawionej na fot. 1 – 6 prowadzono badania laboratoryjne zamieszczone w niniejszej publikacji.

*Laboratorium Zaczynów Uszczelniających posiada następujące aparaty i przyrządy:*



**Fot. 1.** Wiskozymetr Model 900 firmy Ofite umożliwia bezpośrednie określenie zależności pomiędzy prędkością ścinania cieczy a występującym naprężeniem stycznym pozwalając ba obliczenie lepkości plastycznej, granicy płynięcia i wytrzymałości strukturalnej. Dzięki podgrzewanemu kubkowi możliwe jest wykonywanie pomiarów w podwyższonej temperaturze (do 90°C).



**Fot. 2.** Konsystometr ciśnieniowy polowy Model 130 firmy Ofite stosowany jest do pomiaru czasu gęstnienia w warunkach otworopodobnych, tj. w temperaturze i ciśnieniu panującym na dnie otworu wiertniczego. Konsystometr rejestruje w sposób ciągły konsystencję zaczynu cementowego, co pozwala zaobserwować początek – 30 Bc i koniec – 100 Bc czasu gęstnienia. Maksymalna temperatura badania ok. 200°C, maksymalne ciśnienie – ok. 110 MPa.



**Fot. 3.** Prasa filtracyjna Model 7120 firmy Chandler umożliwia szybkie i bezpieczne wykonanie pomiaru filtracji. Urządzenie pozwala na pomiary w warunkach otworopodobnych w temperaturze do 230°C i przy ciśnieniu do 14 MPa.



**Fot. 4.** Ultradźwiękowy Analizator Cementu Model 120-51 z modułem SGSM Model 120-53 firmy Ofite poprzez zmiany szybkości sygnału akustycznego, umożliwia wykonywanie ciągłych, nieniszczących badań wytrzymałości na ściskanie w funkcji czasu zaczynów i kamieni cementowych w warunkach otworopodobnych. Urządzenie SGSM mierzy statyczną odporność żeluz na ścinanie podczas pomiaru poprzez okresowy obrót łopatek wirnika. Maksymalna temperatura pracy 204°C, maksymalne ciśnienie – 34,5 MPa.



**Fot. 5.** Maszyna wytrzymałościowa Model 4207 firmy Chandler pozwala na oznaczenie wytrzymałości na zginanie, ściskanie, rozciąganie i przyczepności kamienia cementowego do różnych materiałów. Urządzenie pozwala wywierać na próbkę nacisk do 180 kN. Jest to metoda niszcząca badaną próbkę.



**Fot. 6.** Porozymetr rtęciowy firmy MicroMetrics umożliwia pomiar parametrów stwardniałego zaczynu uszczelniającego takich jak:

- procentowa porowatość,
- całkowita objętość porów,
- średnia średnica porów,
- przepuszczalność,
- rozkład porów (mezopory i makropory),
- gęstość szkieletowa.

Znajomość tych parametrów pozwala na modyfikacje zaczynów uszczelniających w celu wytworzenia maksymalnie zagęszczonej matrycy powstałego kamienia cementowego.

### 3. Skład cieczy uszczelniających do cementowania rur okładzinowych w głębokich otworach wiertniczych

W procesie prawidłowego uszczelniania otworu wiertniczego, poza czynnikami



technicznymi, podstawowe znaczenie mają właściwości zastosowanego zaczynu cementowego. Zarówno skład jak i właściwości zaczynu dobierane są w zależności od warunków geologiczno-technicznych panujących w otworze, w którym przebiega proces wiązania i twardnienia zaczynu, a także od rodzaju przewierczanych warstw geologicznych, końcowej głębokości otworu, zmiennej i średniej temperatury oraz ciśnienia złożowego i ciśnienia szczelinowania. Zaczyny cementowe stosowane w tak ekstremalnych warunkach powinny mieć następujące właściwości:

- zachować granicę płynięcia, pozwalającą na przetłaczanie w czasie koniecznym do wtłoczenia zaczynu cementowego do przestrzeni pierścieniowej. Dodatkowo czas ten powinien być powiększony o margines bezpieczeństwa (czas początku gęstnienia w warunkach wysokiej temperatury i wysokiego ciśnienia powinien wynosić od około 180 do 300 minut w zależności od głębokości otworu),
- czas wiązania następujący stosunkowo szybko po wtłoczeniu do przestrzeni pierścieniowej,
- szybki wzrost wytrzymałości po wtłoczeniu zaczynu cementowego do przestrzeni pierścieniowej, a więc szybki proces twardnienia,
- wykazywać właściwości reologiczne, umożliwiające skuteczne wypieranie płuczki i cieczy buforowej z otworu przy zachowaniu jak najmniejszych oporów przepływu oraz uzyskanie jak największego promienia rozplwy w uszczelnianym ośrodku,
- umożliwiać regulowanie gęstości (w przedziale od około 2000 do 2350 kg/m<sup>3</sup>) dzięki odpowiedniemu dodatkowi środków obciążających,

- zachowywać stabilne właściwości sedymentacyjne (posiadać zerowy odstęp wody) oraz filtrację w warunkach wysokiej temperatury i wysokiego ciśnienia na poziomie nie przekraczającym 50 cm<sup>3</sup>/30 minut.

Ponadto stwardniały zaczyn cementowy w otworze powinien wykazywać następujące właściwości (1, 2, 5, 8):

- zapewniać dobrą izolację międzystrefową (po stwardnieniu charakteryzować się wysokim wskaźnikiem przyczepności na kontakcie stwardniały zaczyn cementowy - rura okładzinowa oraz stwardniały zaczyn cementowy - formacja skalna. Dodatkowo płaszcz cementowy powinien wykazywać zerową bądź minimalną przepuszczalność oraz jak najmniejszą porowatość),
- posiadać wysoką wytrzymałość na ściskanie w podwyższonej temperaturze i ciśnieniu,
- chronić orurowanie przed agresywnym działaniem cieczy wiertniczych oraz przed zgnieceniem spowodowanym przez pęcznienie formacji skalnych,
- cechować się brakiem skurczu podczas twardnienia,
- być odpornym na korozję chemiczną (zwłaszcza siarczanową i magnezową), wysoką temperaturę i ciśnienie.

Biorąc pod uwagę powyższe wymagania stosowany jest odpowiedni rodzaj cementu oraz szereg dodatków, modyfikujących jego właściwości. Do cementowania kolumn rur eksploatacyjnych w głębokich otworach powszechnie używany jest cement wiertniczy klasy G HSR o podwyższonej odporności na siarczany. W tabl. 2 przedstawiono skład cementu G HSR zgodnie z obowiązującą normą (9, 10).

**Tabl. 2. Wymagany skład cementu wiertniczego klasy G.**

<b>CEMENT WIERTNICZY klasy G</b>	
<b>Gatunek wysokoodporny na działanie siarczanów (HSR)</b>	
Tlenek magnezu (MgO), co najwyżej, procent	6,0
Trójtlenek siarki (SO <sub>3</sub> ), co najwyżej, procent	3,0
Strata prażenia, co najwyżej, procent	3,0
Pozostałość nierozpuszczalna, co najwyżej, procent	0,75
Krzemian trójwapniowy (C <sub>3</sub> S) co najwyżej, procent	65
co najmniej, procent	48
Glinian trójwapniowy (C <sub>3</sub> A), co najwyżej, procent	3
Glińnożelazian czterowapniowy (C <sub>4</sub> AF) plus dwa razy glinian trójwapniowy (C <sub>3</sub> A), co najwyżej, procent	24
Ogólna zawartość alkaliów wyrażona jako równoważnik tlenku sodu (Na <sub>2</sub> O), co najwyżej, procent	0,75

Cement wiertniczy klasy G (badany zgodnie z normą API Spec. 10 i PN-EN ISO 10426-1 przy współczynniku wodno-cementowym  $w/c=0,44$ )

powinien spełniać następujące wymagania fizyczne i eksploatacyjne, zamieszczone w tabl. 3.

**Tabl. 3. Warunki konieczne do spełnienia przez cement klasy G:**

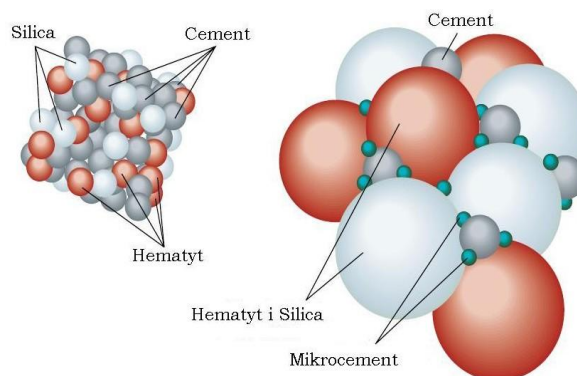
Lp.	Badany parametr	Wymagana wartość
1.	Ciężar właściwy oznaczany na wadze Baroid	Około 1900 kg/m <sup>3</sup>
2.	Woda wolna (odstój wody) oznaczana w kolbie miarowej	Po 2 godzinach maksymalnie 5,9 %
3.	Czas gęstnienia oznaczany w konsystometrze ciśnieniowym (temperatura 52°C, ciśnienie 36,5 MPa)	Największa dopuszczalna konsystencja w okresie od 15 do 30 minut wynosi 30 Bc. Konsystencja 100 Bc ma być osiągnięta po czasie od 90 do 120 minut.
4.	Wytrzymałość na ściskanie oznaczana podczas ściskania kostek o wymiarach 2 x 2 x 2 cale	Po 8 godzinach twardnienia: w temperaturze = 38°C minimalnie 2,1 MPa w temperaturze = 60°C minimalnie 10,3 MPa

W celu umożliwienia zastosowania zaczynu cementowego w głębokich otworach wiertniczych musi on zawierać szereg składników. Poza koniecznością użycia odpowiedniego cementu wiertniczego zaczyn przeznaczony do uszczelniania kolumn rur eksploatacyjnych powinien być zarabiany na 10% solance NaCl (bwow - w stosunku do masy wody zarobowej). Jest to spowodowane występowaniem w przekroju otworu wiertniczego formacji solnych. Duża głębokość zapuszczania kolumn rur eksploatacyjnych (sięgająca z reguły 3000 – 3500 metrów), wysoka temperatura i ciśnienie panujące na dnie otworu sprawiają, iż konieczne jest również zastosowanie do zaczynów uszczelniających szeregu środków modyfikujących (4, 5, 6, 7, 12). Należą do nich dodatki:

- odpieniające (reduking ilość powietrza zawartego w zaczynie),
- upłynniające tj. obniżające lepkość zaczynu, (regulują parametry reologiczno – strukturalne),
- obniżające filtrację i odstój wody (zabezpieczają przez utratą wody z zaczynu),
- wydłużające czas początku gęstnienia (opóźniają proces wiązania).

Poza wspomnianymi dodatkami do zaczynów wprowadzany jest również lateks (zapobiegający ekshalacji gazu), mikrokrzemionka (mączka krzemionkowa), podnosząca odporność termiczną stwardniałego zaczynu cementowego w wysokiej temperaturze oraz materiał obciążający (nadający wymaganą gęstość zaczynowi cementowemu). W

celu poprawy szczelności matrycy wprowadza się także dodatek mikrocementu (drobno mielony cement portlandzki), rys. 1.



**Rys. 1 Schemat ułożenia poszczególnych składników w obciążonym zaczynie cementowym (12).**

Wprowadzenie dodatku lateksu blokuje powstawanie kanałów gazowych w czasie wiązania poprzez spajanie (łączenie) mikropęknięć w twardniejącym zaczynie cementowym. Lateks, który jest wodną dyspersją kopolimeru butadienowo-styrenowo-amidowego z dodatkiem środków modyfikujących, stosuje się jako mleczną zawiesinę w postaci bardzo małych sferycznych cząsteczek polimerowych. Wpływa on na zmniejszenie przepuszczalności, redukuje kurczliwość oraz zwiększa elastyczność stwardniałego zaczynu cementowego. W systemach cementowych modyfikowanych za pomocą lateksu jego cząsteczki tworzą rodzaj plastycznej błony, otaczającej i okrywającej fazę CSH. Dodatkowymi korzystnymi cechami

zaczynów modyfikowanych lateksem jest ich bardzo niska filtracja, wyjątkowo korzystne parametry reologiczne oraz niska porowatość i przepuszczalność dla gazu.

Mączka krzemionkowa (silica, mikrokrzemionka) o rozmiarze ziaren ok. 15µm powoduje zwiększenie odporności stwardniałego zaczynu cementowego na działanie wysokich temperatur (dodawana jest do zaczynów cementowych w temperaturze od 90°C i wyższych). Hematyt, po odpowiedniej obróbce (zmieleniu) stosowany jest w celu zwiększenia gęstości zaczynów cementowych. Zastosowany w badaniach materiał obciążający posiada następujące parametry chemiczno – fizyczne:

- skład chemiczny: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 93,1%, SiO<sub>2</sub> – 2,3%, FeO – 1,4%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 0,9%, CaO – 0,6%, inne śladowo,
- własności fizyczne: gęstość średnia 4980 kg/m<sup>3</sup>, gęstość nasykowa 2800 kg/m<sup>3</sup>, uziarnienie poniżej 0,075 mm.

Aby obniżyć porowatość stwardniałego zaczynu cementowego (a tym samym uzyskać minimalną przepuszczalności matrycy cementowej) celowe jest zastosowanie drobnego materiału, który poprzez upakowanie się pomiędzy hydratyzującymi ziarnami klinkieru cementowego, wypełni pustki pomiędzy ziarnami. Taką funkcję pełni mikrocement, powstały ze zmielonego cementu (powierzchnia właściwa mikrocementu – ok. 1200 m<sup>2</sup>/kg, frakcje o wymiarach: < 2µm ok. 8%, 2-16µm ok. 82%, >16µm ok. 10%).

#### 4. Prowadzone badania laboratoryjne

Laboratorium Zaczynów Uszczelniających Instytutu Nafty i Gazu współpracujące z Serwisem Cementacyjnym EXALO - głównym krajowym wykonawcą prac cementacyjnych - opracowało szereg receptur obciążonych zaczynów cementowo - lateksowych o regulowanej gęstości dla głębokich otworów wiertniczych. Wieloletnie badania oraz wymiana doświadczeń pomiędzy wymienionymi jednostkami umożliwiła dobór odpowiednich rodzajów oraz ilości środków upłynniających, opóźniających i regulujących filtrację. Badania wykonywane są zgodnie z normą PN-EN ISO 10426-2 „Przemysł naftowy i gazowniczy” – Cementy i materiały do cementowania otworów – część 2: Badania cementów wiertniczych.

W latach 2000 – 2014 w INiG PIB oraz Serwisie Cementacyjnym Wołominie (obecnie

EXALO) testowano różnego rodzaju dodatki modyfikujące, spośród których wybrano grupę najbardziej odpowiednich do sporządzania zaczynów cementowych dla warunków, panujących na dużych głębokościach. Bazując na tych dodatkach, w INiG PIB sporządzono szereg receptur zaczynów dla temperatur od 90 do 120°C i ciśnień około 60 – 70 MPa (6, 7). Sporządzone zaczyny zarabiane były wodą zasoloną chlorkiem sodu w ilości 10% bwow (w stosunku do masy wody zarobowej). Środek odpiniający, upłynniacz, dodatek antyfiltracyjny i opóźniacz wiązania dodawano do wody zarobowej. Używano odpornego do temperatury 121°C lateksu zagranicznego w ilości od 18 do 25% bwoc (w stosunku do masy suchego cementu). Mikrosilikę oraz hematyt mieszano razem z cementem wiertniczym G (w niektórych badaniach z mikrocementem). Tak przygotowaną mieszaninę składników sypkich dodawano do przygotowanej uprzednio wody zarobowej.

Po sporządzeniu płynnego zaczynu cementowego przeprowadzono badania parametrów reologicznych (lepkość plastyczną, granicę płynięcia), określano gęstość i rozlewność. Regulowanie reologii zaczynów cementowych realizowano za pomocą specjalnie dobranych środków upłynniających. Odstój wody oznaczano w cylindrze miarowym ustawionym pod kątem 90°. Określano filtrację oraz czas gęstnienia zaczynu w warunkach wysokich temperatur i wysokich ciśnień złożowych. Notowano wartości konsystencji 30 Bc (początek gęstnienia) i 100 Bc (koniec gęstnienia). Podczas opracowywania receptur zaczynów uwzględnione zostały wymagania, jakie powinien spełniać zaczyn cementowo-lateksowy o podwyższonej gęstości, aby zapewnić sprawne wykonanie zabiegu cementowania i skuteczne uszczelnienie eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych w głębokich otworach wiertniczych. Zwracano więc głównie uwagę na to, aby zaczyn cementowy nie posiadał zbyt dużych lepkości, cechował się zerowym odstojem wody oraz filtracją mniejszą niż 50 cm<sup>3</sup>/30 min. oraz odpowiednim dla danych warunków otworowych czasem gęstnienia, z zachowaniem krótkiego okresu przejścia pomiędzy konsystencją 30 Bc a 100 Bc. Czas początku gęstnienia dobierano tak, aby przewyższał planowany czas zabiegu cementowania o tzw. margines bezpieczeństwa, wynoszący co najmniej 30 – 60 minut.

W tablicy 4 umieszczono zestawienie receptur, natomiast w tablicy 5 wyniki badań zaczynów cementowych dla różnych warunków, panujących podczas cementowania kolumn rur w głębokich otworach wiertniczych.

Gęstości zaczynów cementowych badanych w temperaturze 90°C i ciśnieniu 60 MPa (składy Nr 1, 2, 3) zawierały się w przedziale od 2050 do 2140 kg/m<sup>3</sup>. Ich czasy gęstnienia wynosiły około 3 godz. 40 min – 4 godz. Dla zaczynu Nr 2 (gęstość 2100 kg/m<sup>3</sup>) z dodatkiem 10% mikrocementu wykonano badania wczesnej wytrzymałości na ściskanie (rys. 2) oraz mechanicznej wytrzymałości na ściskanie za pomocą normowych prostopadłościanów (fot. 7, rys. 7, tabl. 6) a także pomiary porowatości (tabl. 7, rys. 8). Zaczyn Nr 2 zaczął wiązać przed upływem 5 godz. Wytrzymałość w okresie do 72 godzin (3 dni) oznaczana na ultradźwiękowym analizatorze cementu (UCA) wzrosła do wartości 22 MPa; wartość ta informuje o dobrym stanie związania zaczynu w środowisku otworopodobnym. Po 28 dniach próbka Nr 2 uzyskała wytrzymałość na ściskanie około 30 MPa (rys. 7, tabl. 6). Porowatość ogólna próbki Nr 2 wynosiła 30,4%. Pory największe (powyżej 10.000 nm) stanowiły zaledwie około 1,8% całości, natomiast pory najmniejsze (poniżej 100 nm) aż 95% całkowitej ilości porów.



**Fot. 7 Prostopadłościan o wymiarach 2 x 2 x 2 cale sporządzony z zaczynu cementowego nr 2 do badania mechanicznej wytrzymałości na ściskanie (czas hydratacji 7 dni).**

Badania dla zaczynów nr 4 i 5 przeprowadzone zostały w temperaturze 95°C i ciśnieniu 60 MPa. Zaczyny te posiadały gęstość równą 2030 i 2060 kg/m<sup>3</sup>. Czasy ich gęstnienia wynosiły około 4 – 5 godz. Dla stwardniałego zaczynu cementowego Nr 4 przedstawiono mikrostrukturę i analizę pierwiastkową poszczególnych obszarów próbki (fotografie 2 i 3 oraz rys. 3, 4, 5, 6) wykonaną za pomocą mikroskopu skaningowego. Wytrzymałość na ściskanie stwardniałego zaczynu Nr 4 po 28 dniach hydratacji wyniosła około 33 MPa (rys. 7, tabl. 6).

Zaczyny cementowe badane w temperaturze 110°C i ciśnieniu 70 MPa oznaczono numerami od 6 do 8. Posiadały one gęstości w granicach od 2180 do 2290 kg/m<sup>3</sup>, a czasy ich gęstnienia wynosiły od 4 do 6 godz. Dla zaczynu Nr 6 (z dodatkiem 60% hematytu i 35% mączki krzemionkowej) przeprowadzono badania porowatości. Porowatość ogólna próbki Nr 6 wynosiła 28,1%. Największe pory (o średnicy powyżej 10.000 nm) stanowiły jedynie 1,3% całkowitej ilości porów, pory o wielkości od 10.000 do 100 nm zajmowały około 1% całości. Najmniejsze pory o średnicy poniżej 100 nm stanowiły około 97,7% całości porów (tabl. 7, rys. 9). Próbka Nr 6 posiadała wytrzymałość na ściskanie około 35 MPa po okresie 28 dni utwardzania (rys. 7, tabl. 6).

Kolejną serię badań przeprowadzono w temperaturze 120°C i ciśnieniu 70 MPa. W warunkach tych przeprowadzono testy dla zaczynów cementowych o numerach 9, 10, 11 i 12. Zaczyny posiadały gęstość z przedziału od 2150 do 2350 kg/m<sup>3</sup>. Czasy gęstnienia wynosiły około 3 godz. 30min. – 4 godz. Zaczyn Nr 9, zawierający 50% hematytu, po 28 dniach hydratacji posiadał bardzo wysoką wytrzymałość na ściskanie przekraczającą 35 MPa (rys. 7, tabl. 6).

Filtracje wszystkich badanych zaczynów w temperaturach od 90 do 120°C były niższe od 50 cm<sup>3</sup>/30 min (wynosiły z reguły około 30 – 40 cm<sup>3</sup>/30 min w zależności od ilości użytego środka antyfiltracyjnego i lateksu). Testowane zaczyny charakteryzowały się zerowymi odstojami wody, a lepkości plastyczne wynosiły w większości przypadków około sto kilkadziesiąt mPa.s (co pozwala na sprawne zatłoczenie zaczynu do przestrzeni międzyrurowej).



**Tabl. 4. Składy zaczynów cementowych dla temperatur z przedziału od 90 do 120°C i ciśnień od 60 do 70 MPa.**

Skład zaczynu	Temperatura, Ciśnienie	w/c	Odpieniacz [%]	Uplynniacz [%]*	Dodatek antyfiltracyjny [%]	Opóźniacz [%]**	Latex zagraniczny [%]	NaCl bwow [%]***	Mączka krzemionkowa [%]	Hematyt [%]	Mikrocement [%]	Cement G [%]
Nr 1	90°C 60 MPa	0,34	0,5	0,5 <sup>A</sup>	0,15	0,3 <sup>C</sup>	20,0	10	10	30	-	100
Nr 2		0,36	0,5	0,5 <sup>A</sup>	0,15	0,3 <sup>C</sup>	20,0	10	10	40	10	100
Nr 3		0,37	0,5	0,5 <sup>A</sup>	0,15	0,3 <sup>C</sup>	20,0	10	10	50	-	100
Nr 4	95°C 60 MPa	0,35	0,4	1,0 <sup>B</sup>	-	0,4 <sup>C</sup>	18,0	10	20	40	-	100
Nr 5		0,38	0,5	0,3 <sup>B</sup>	0,3	0,5 <sup>C</sup>	20,0	10	20	30	10	100
Nr 6	110°C 70 MPa	0,40	0,5	0,5 <sup>A</sup>	0,3	0,2 <sup>D</sup>	20,0	10	35	60	-	100
Nr 7		0,34	0,5	0,4 <sup>A</sup>	0,1	0,4 <sup>D</sup>	25,0	10	10	70	-	100
Nr 8		0,38	0,5	0,4 <sup>A</sup>	0,1	0,4 <sup>D</sup>	25,0	10	10	100	-	100
Nr 9	120°C 70 MPa	0,34	0,5	0,4 <sup>A</sup>	0,1	0,4 <sup>D</sup>	20,0	10	10	50	-	100
Nr 10		0,34	0,5	0,4 <sup>A</sup>	0,1	0,4 <sup>D</sup>	25,0	10	10	70	-	100
Nr 11		0,38	0,5	0,4 <sup>A</sup>	0,1	0,4 <sup>D</sup>	25,0	10	10	100	-	100
Nr 12		0,38	0,5	0,4 <sup>A</sup>	0,1	0,45 <sup>D</sup>	25,0	10	10	110	-	100

Ilości dodatków podano w procentach w stosunku do masy suchego cementu

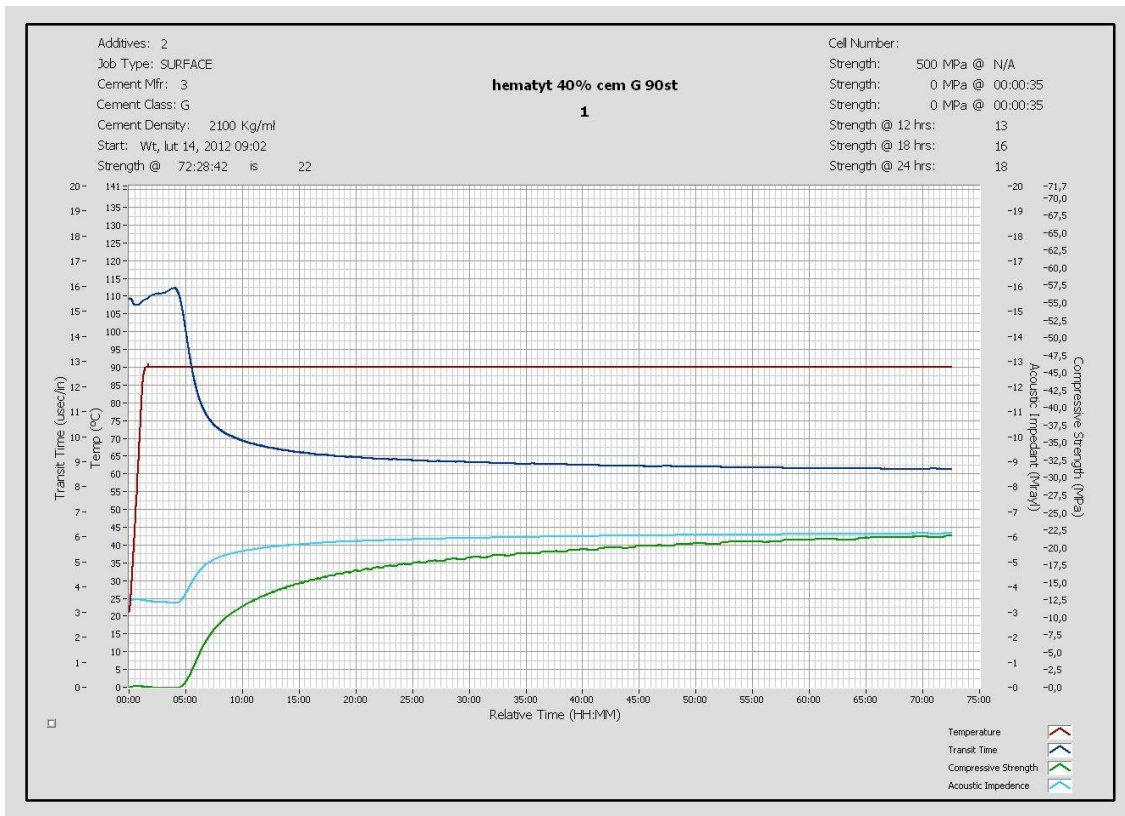
\* stosowano dwa rodzaje środków uplynnających A oraz B,

\*\* stosowano dwa rodzaje środków opóźniających C oraz D,

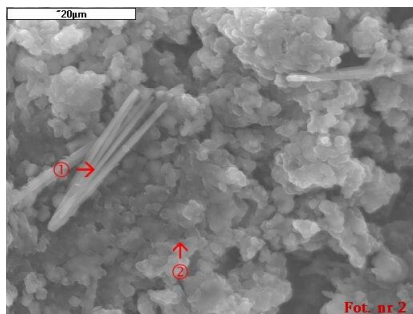
\*\*\* bwow – w stosunku do masy wody zarobowej (dotyczy NaCl)

**Tabl. 5 Wyniki badań zaczynów cementowych w temperaturach z przedziału od 90 do 120°C i ciśnieniach od 60 do 70 MPa wg. PN-EN ISO 10426.**

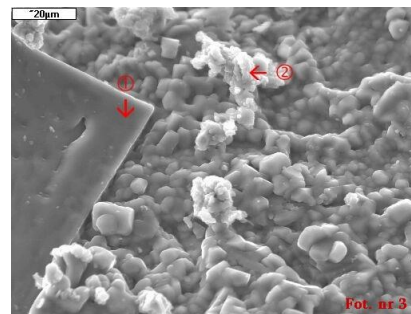
Skład zaczynu	Temperatura Ciśnienie	Gęstość [kg/m <sup>3</sup> ]	Odstój wody pod kątem 90° [%]	Lepkość plastyczna [mPa*s]	Granica płynięcia [Pa]	Filtracja [cm <sup>3</sup> /30 min]	Czas gęstnienia [h-min] 30Bc i 100Bc
Nr 1	90°C 60 MPa	2050	0,0	118,5	9,8	42	30Bc: 3-41 100Bc: 3-52
Nr 2		2100	0,0	179,5	20,4	32	30Bc: 3-44 100Bc: 4-02
Nr 3		2140	0,0	121,5	8,4	40	30Bc: 3-43 100Bc: 3-56
Nr 4	95°C 60 MPa	2030	0,0	125,5	5,7	46	30Bc: 3-54 100Bc: 4-37
Nr 5		2060	0,0	223,5	23,7	28	30Bc: 3-44 100Bc: 4-59
Nr 6	110°C 70 MPa	2180	0,0	152,0	21,6	20	30Bc: 3-52 100Bc: 4-31
Nr 7		2200	0,0	124,5	11,8	40	30Bc: 5-35 100Bc: 6-05
Nr 8		2290	0,0	136,5	11,8	38	30Bc: 4-40 100Bc: 4-48
Nr 9	120°C 70 MPa	2150	0,0	112,5	9,8	46	30Bc: 4-00 100Bc: 4-08
Nr 10		2200	0,0	124,5	11,8	44	30Bc: 3-22 100Bc: 3-30
Nr 11		2290	0,0	136,5	11,8	44	30Bc: 3-18 100Bc: 3-24
Nr 12		2350	0,0	165,0	13,4	40	30Bc: 3-25 100Bc: 4-13



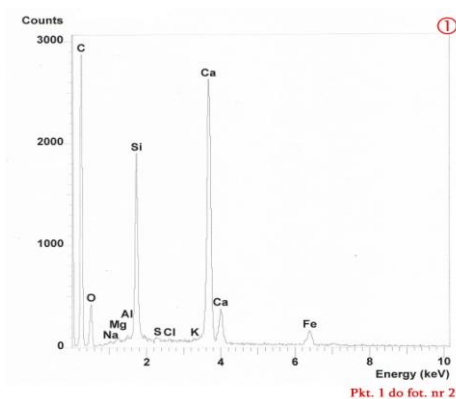
Rys. 2. Wykres narastania wczesnej wytrzymałości na ściskanie dla zaczynu cementowego Nr 2 podczas 72 godzin (3 dni) hydratacji w warunkach otworopodobnych (na podstawie testu wykonanego za pomocą aparatu UCA).



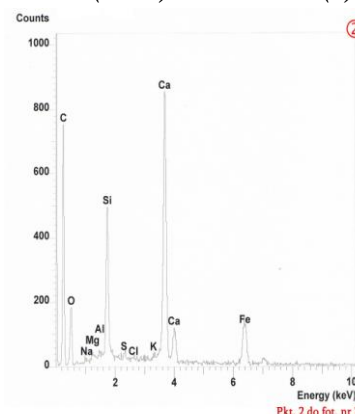
Fot. 2. Mikrostruktura stwardniałego zaczynu nr 4. Widoczna faza CSH modyfikowana jonami Cl<sup>-</sup>. Pow. 2000x (7)



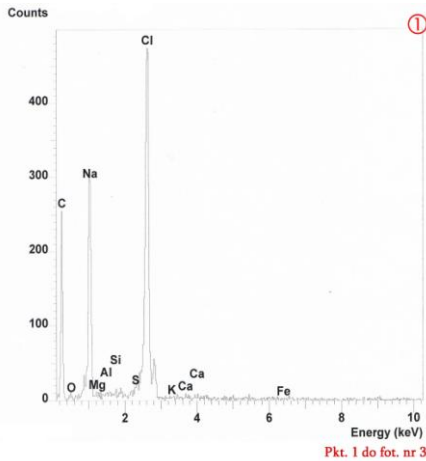
Fot. 3. Mikrostruktura stwardniałego zaczynu nr 4. Widoczny zbity żel fazy CSH modyfikowany jonami Cl<sup>-</sup> tworzący przerosty z regularnymi kryształami halitu (NaCl). Pow. 2000x. (7)



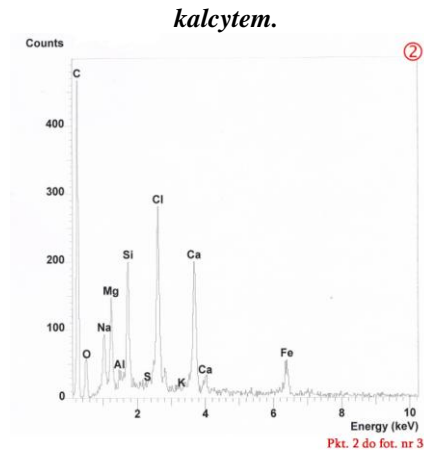
Rys. 3. Analiza pierwiastkowa próbki widocznej na fot. 2 w pkt. 1 świadcząca o obecności fazy CSH, która tworzy przerosty z monosulfatem o kalcytem.



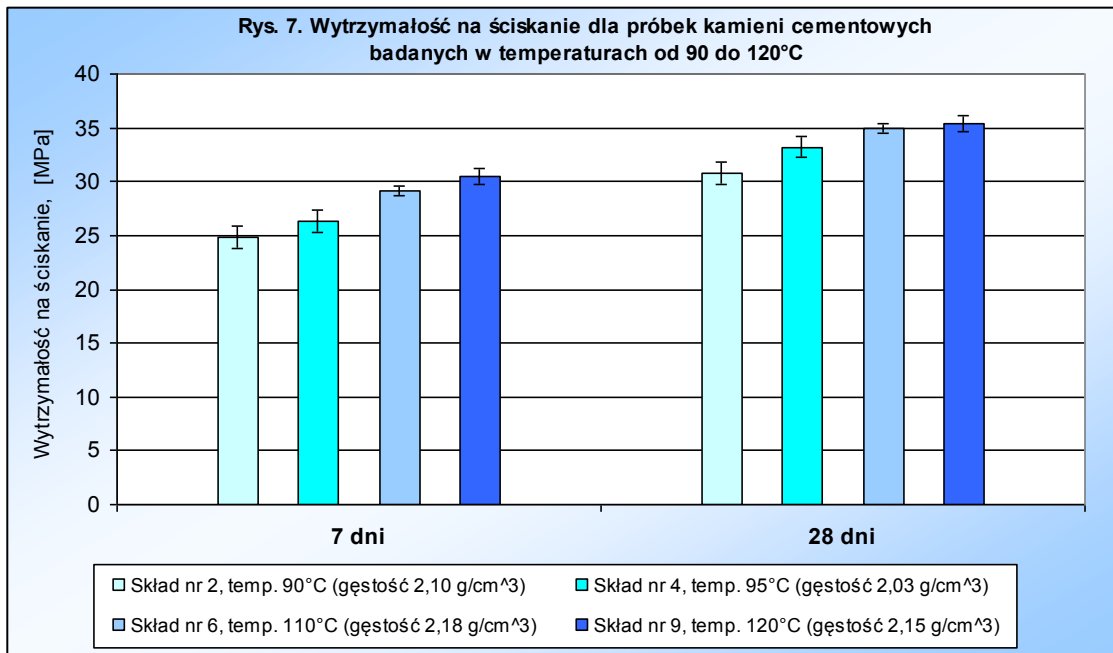
Rys. 4. Analiza pierwiastkowa próbki widocznej na fot. 2 w pkt. 2 świadcząca o obecności fazy CSH, która tworzy przerosty hematytom ( $Fe_2O_3$ ) oraz



Rys. 5. Analiza pierwiastkowa próbki widocznej na fot. 3 w pkt. 1 świadcząca o obecności monokryształów halitu (NaCl).



Rys. 6. Analiza pierwiastkowa próbki widocznej na fot. 3 w pkt. 2 świadcząca o obecności fazy CSH modyfikowanej jonami Cl, która tworzy przerosty hematytem ( $Fe_2O_3$ ), kryształami halitu i zasadowego chlorku magnezu.



Obliczenia statystyczne (tabl. 6) zostały wykonane na podstawie uzyskanych wyników pomiarowych i miały na celu wyznaczenia średnich wartości wytrzymałości na ściskanie poszczególnych próbek oraz określenia przedziału ufności (dla przyjętego współczynnika ufności:  $1 - \alpha = 0,95$ ). Dla wybranego składu zamieszczono wyniki oznaczeń wytrzymałości na ściskanie dla trzech próbek (zgodnie z PN-EN ISO 10426) i obliczono na ich podstawie średnią arytmetyczną wytrzymałość na ściskanie w MPa. W kolejnych rubrykach tablicy 6 zamieszczono obliczenia:

- odchylenia standardowego z próby;

$$\sigma(x) = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n}} \quad (1)$$

- poziomu ufności (\*);

$$P_u = t_\alpha \cdot \frac{\sigma(x)}{\sqrt{n-1}} \quad (2)$$

- przedziału ufności (\*);

$$p\left\{ \bar{x} - t_\alpha \cdot \frac{\sigma(x)}{\sqrt{n-1}} < x < \bar{x} + t_\alpha \cdot \frac{\sigma(x)}{\sqrt{n-1}} \right\} = 1 - \alpha \quad (3)$$

\*) w obliczeniach przyjęto współczynnik ufności  $1 - \alpha = 0,95$ .

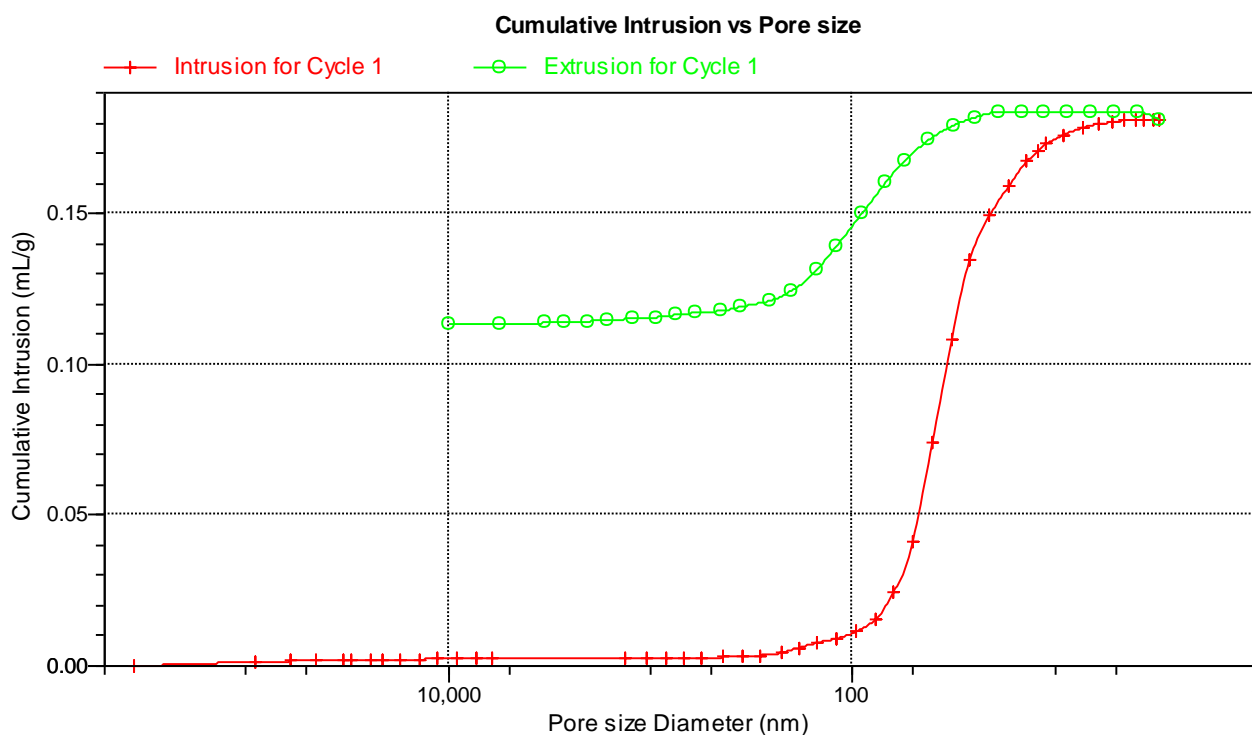
gdzie:  $n$  - liczebność próby,  $x_i$  - wyniki próby,  $\bar{x}$  - średnia arytmetyczna z próby,  $t_\alpha$  - wartość zmiennej  $t$  Studenta odczytana z tablicy tego rozkładu dla  $n - 1$  stopni swobody,  $p$  - prawdopodobieństwo, że wytrzymałość na ściskanie stwardniałego zaczynu cementowego jest równa  $1 - \alpha$  w przedziale opisanym równaniem (3).

**Tabl. 6. Obliczenia statystyczne dla uzyskanych wyników badań wytrzymałości na ściskanie próbek stwardniałych zaczynów cementowych deponowanych w temperaturach od 90 do 120°C.**

Próbka stwardniałego zaczynu cementowego	Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie (Ws) dla trzech próbek stwardniałego zaczynu cementowego [MPa]			Średnia arytmetyczna Ws [MPa]	Odchylenie standardowe z próby	Poziom ufności (dla 1- $\sigma$ = 0,95)	Przedział ufności (dla 1- $\sigma$ = 0,95)
	Próba 1	Próba 2	Próba 3				
Skład Nr 2 (7 dni)	24,9	24,4	25,2	24,8333	0,3300	1,0040	23,8293 – 25,8373
Skład Nr 4 (7 dni)	26,3	26,0	26,7	26,3333	0,2867	0,8724	25,4609 – 27,2057
Skład Nr 6 (7 dni)	29,1	29,4	29,0	29,1667	0,1700	0,5171	28,6496 – 29,6838
Skład Nr 9 (7 dni)	30,3	30,3	30,9	30,5000	0,2828	0,8605	29,6395 – 31,3605
Skład Nr 2 (28 dni)	30,7	30,4	31,2	30,7667	0,3300	1,0040	29,7627 – 31,7707
Skład Nr 4 (28 dni)	33,3	32,7	33,6	33,2000	0,3742	1,1384	32,0616 – 34,3384
Skład Nr 6 (28 dni)	35,0	35,1	34,8	34,9667	0,1247	0,3795	34,5872 – 35,3462
Skład Nr 9 (28 dni)	35,4	35,1	35,7	35,4000	0,2449	0,7452	34,6548 – 36,1452

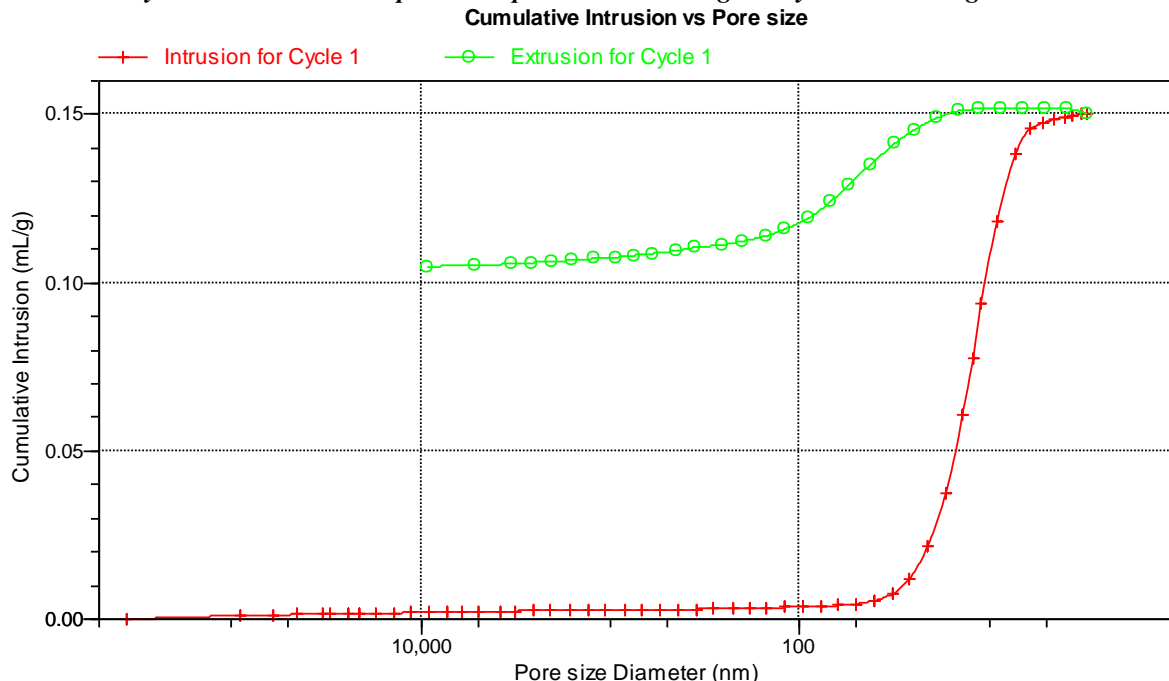
**Tabl. 7. Porowatość ogólna i rozkład średnicy porów dla stwardniałych zaczynów cementowych Nr 2 i Nr 6.**

Próbka	Porowatość ogólna [%]	Udział procentowy porów o danej średnicy [%]		
		>10.000 nm	10.000-100 nm	<100 nm
Nr 2	30,4	1,8	3,2	95,0
Nr 6	28,1	1,3	1,0	97,7





Rys. 8. Rozkład wielkości porów dla próbki stwardniałego zaczynu cementowego Nr 2.



Rys. 9. Rozkład wielkości porów dla próbki stwardniałego zaczynu cementowego Nr 6.

## 5. Podsumowanie

Instytut Nafty i Gazu PIB współpracujący z Serwisem Cementacyjnym w Wołominie (obecnie EXALO) opracował wiele receptur ciężkich zaczynów cementowych o gęstości od 2050 do 2350 kg/m<sup>3</sup>, które stosowane są z powodzeniem w celu uszczelniania kolumn rur eksploatacyjnych w głębokich otworach. Receptury te stosowane są podczas zabiegów uszczelniania otworach o temperaturze dynamicznej od około 90°C do około 120°C. Na podstawie zdobytych doświadczeń oraz wyników prowadzonych badań stwierdzono, że do sporządzania zaczynów cementowych w takich warunkach należy używać cementu wiertniczego klasy G typu HSR spełniającego wymogi normy PN-EN ISO 10426-1. Stosowane w zaczynie dodatki i domieszki mają odpowiednie atesty, zezwalające na użycie ich w warunkach działania wysokich ciśnień i temperatur. Do zaczynów należy wprowadzać m.in. lateks (zapobiegający migracji gazu i zmniejszający filtrację), hematyt (zwiększający gęstość zaczynu) czy też mączkę krzemionkową (podnoszącą odporność termiczną w wysokiej temperaturze). Możliwe jest również zastosowanie mikrocementu w celu doszczelnienia matrycy stwardniałego zaczynu cementowego i uzyskania bardziej zwartej mikrostruktury.

Zaczyny cementowe, przed zastosowaniem ich do uszczelniania rur okładzinowych, są

szczegółowo badane w INiG PIB za pomocą specjalistycznej aparatury. Badania te obejmują wszystkie najważniejsze parametry technologiczne, które wpływają na przebieg i skuteczność wykonania zabiegu cementownia rur. Gęstość zaczynu dostosowywana jest do wartości gradientu ciśnienia złożowego i ciśnienia szczelinowania, filtracja obniżana do wartości poniżej 50 cm<sup>3</sup>/30, minut natomiast odstęp wody zredukowany jest do zera. Regulowane są także parametry reologiczne. Czas początku gęstnienia zaczynu (czas, po którym zaczyn uzyskał konsystencję 30 Bc) jest dobierany tak, aby przewyższał on zaplanowany czas zabiegu uszczelniania rur o tzw. margines bezpieczeństwa. W laboratorium INiG PIB badana jest również charakterystyka narastania wczesnej wytrzymałości mechanicznej (metodą nieniszczącą za pomocą ultradźwiękowego analizatora cementowego). Badania te pozwalają określić, po jakim czasie zaczyn cementowy przechodzi z fazy płynnej w fazę stałą. Zarówno wytrzymałość na ściskanie jak również porowatość czy mikrostruktura próbek stwardniałych zaczynów cementowych badana jest po utwardzeniu świeżego zaczynu cementowego w specjalnych autoklawach ciśnieniowych. Składniki receptur zaczynów są dobierane w taki sposób, aby uzyskać jak najwyższą wytrzymałość stwardniałego zaczynu cementowego oraz minimalną wartość porowatości (z jak najmniejszym udziałem porów

kapilarnych). Wytrzymałość na ściskanie opracowanych próbek jest bardzo wysoka i po okresie 28 dni przewyższa 30 MPa. Uzyskano niewielkie wartości porowatości stwardniałych zaczynów cementowych, których pory o największej średnicy stanowią zaledwie około 1 – 2% całkowitej ilości porów.

Dzięki prowadzeniu szczegółowych badań świeżych i stwardniałych zaczynów cementowych oraz realizowaniu szeregu prac związanych z coraz to doskonalszą modyfikacją receptur, jakość cementownia głębokich kolumn rur eksploatacyjnych, udostępniających złoża węglowodorów, systematycznie poprawia się.

#### **Literatura**

1. J. Bensted: Cementy wiertnicze, Oilwell Cements, Cement - Wapno - Beton Nr 6, (2002).
2. J. Bensted, J. Smith: Cementy wiertnicze z historycznej perspektywy, Oilwell Cements. Part 6. An Historic Perspective. Cement - Wapno - Beton Nr 3, (2008).
3. Z. Herman, M. Migdał: Problemy cementowania rur okładzinowych na Niżu Polskim, Nafta – Gaz, Nr 12, Kraków (1998).
4. J. Nalepa: Problemy związane z cementowaniem głębokich otworów wiertniczych, Sympozjum Naukowo - Techniczne, Cementy w budownictwie, robotach wiertniczych i inżynierskich oraz hydrotechnice, Piła - Płotki (2001).
5. E. B. Nelson: Well Cementing, Schlumberger Educational Service, Houston, Teksas, USA, (1990).

#### **Відомості про авторів:**

Марцин Ржепка, Інститут нафти і газу - Державний дослідницький інститут, Польща., вул. Любич 25А, 31-503 Краків.

Марцин Кременевскі, Інститут нафти і газу - Державний дослідницький інститут, Польща., вул. Любич 25А, 31-503 Краків.

6. M. Rzepka: Wpływ warunków otworowych na procesy korozyjne zachodzące w stwardniałych zaczynach cementowych stosowanych w wiertnictwie, Praca doktorska, AGH, Kraków (2005).

7. M. Rzepka i in.: Zaczyny cementowe do uszczelniania kolumn rur okładzinowych w głębokich otworach wiertniczych w temperaturach dynamicznych do ok. 120°C, Praca naukowo – badawcza INiG, Kraków (2009).

8. S. Stryczek, A. Gonet: Wymagania odnośnie zaczynów uszczelniających stosowanych w technologiach wiertniczych. Sympozjum Naukowo - Techniczne, Cementy w budownictwie, robotach wiertniczych i inżynierskich oraz hydrotechnice, Piła - Płotki (2001).

9. PN-EN ISO 10426-1 „Przemysł naftowy i gazowniczy” – Cementy i materiały do cementowania otworów – część 1:Specyfikacja, (2009).

10. PN-EN ISO 10426-2 „Przemysł naftowy i gazowniczy” – Cementy i materiały do cementowania otworów – część 2: Badania cementów wiertniczych, (2006).

11. Protokoły z rurowania i cementowania otworów na Niżu Polskim w latach 2013 - 2015.

12. Strona internetowa firmy Dowell - Schlumberger: High-Pressure, High-Temperature Well Construction – <http://www.slb.com/> - dostęp: maj 2011.