

Marcin Rzepka, Marcin Kremieniewski, Edyta Dębińska
Instytut Nafty i Gazu, Oddział Krosno

Zaczyny cementowe przeznaczone do uszczelniania eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych na Niżu Polskim

Wprowadzenie

W ostatnich latach w naszym kraju stawiane są coraz wyższe wymagania odnośnie skuteczności uszczelniania przestrzeni pierścieniowej otworów wiertniczych. Dotyczy to zwłaszcza kolumn rur eksploatacyjnych w otworach ropnych i gazowych. W przypadku złego zacementowania (zwłaszcza strefy horyzontów produktywnych) występują niezwykle duże trudności w likwidowaniu ekshalacji i wypływów medium złożowego z przestrzeni międzyrurowych oraz pozarurowych, a koszty związane z doszczelnianiem odwiertu są bardzo wysokie. Prawidłowe zacementowanie przestrzeni pierścieniowej zapewnia zatem długi okres „życia” odwiertu oraz uzyskiwanie wysokiej produkcji węglowodorów przez szereg lat.

W przypadku zdecydowanej większości otworów wierconych na Niżu Polskim głównym problemem podczas procesów wiercenia i cementowania są warunki geologiczne panujące w utworach cechsztynu [3, 4].

Na głębokości ponad trzech tysięcy metrów występują bowiem:

- anomalnie wysokie gradienty ciśnienia złożowego i ciśnienia szczelinowania (np. w dolomicie głównym gradient ciśnienia złożowego wynosi ok. $0,017 \div 0,022$ MPa/m, natomiast gradient ciśnienia szczelinowania ok. $0,020 \div 0,024$ MPa/m), wpływające na konieczność zastosowania bardzo wysokich ciężarów właściwych używanych cieczy wiertniczych (płuczki, buforu, zaczynu cementowego),
- wysokie temperatury na dnie otworu wiertniczego, wynoszące około $100 \div 120^\circ\text{C}$,
- aktywne czerwone lub szare ily solne (wymuszające zastosowanie zasolonej płuczki i zaczynu cementowego),
- możliwości dopływu zgazowanych solanek (wód złożowych) o anomalnie wysokim ciśnieniu,
- wysokie stężenia siarkowodoru w płynach złożowych

Tablica 1. Wybrane otwory wiertnicze na Niżu Polskim, w których prowadzono cementowanie rur okładzinowych o średnicy 7" w latach 2008–2011

Oznaczenie otworu (miesiąc i rok wykonania zabiegu cementowania rur 7")	Głębokość zapuszczania kolumny rur eksploatacyjnych o średnicy 7" [m]	Gęstość zastosowanego zaczynu cementowego [kg/m ³]	Temperatura dynamiczna panująca na dnie otworu [°C]	Ciśnienie, przy którym prowadzono badanie [MPa]
G-2 (VI 2008)	4230	2380	108	96
P-3 (XII 2010)	3260	2000	95	62
S-1 (XII 2010)	3445	2060	95	62
L-1 (I 2011)	3818	2320	100	75
S-5 (III 2011)	3236	2160	90	69
P-1 (VII 2011)	3700	2230	95	79

(zawartość H_2S może stanowić nawet ok. 15% objętości gazu),

- sole magnezowe i potasowe, mogące silnie skażać ciecz wiertnicze.

W trakcie wiercenia (zwłaszcza końcowego odcinka otworu wiertniczego) mogą pojawiać się dodatkowe problemy, związane z powstaniem niezamierzonej krzywizny otworu, wystąpieniem kawern czy wrębów, bądź też niewłaściwym wycentrowaniem kolumny rur.

Wszystkie wymienione powyżej utrudnienia natury geologiczno-technicznej narzucają projektantowi i wykonawcy zabiegu cementowania bardzo wysokie wymagania odnośnie używanego sprzętu cementacyjnego oraz konieczność szczegółowej kontroli parametrów zaczynu i kamienia cementowego.

Wymagania stawiane zaczynom cementowym przeznaczonym do uszczelniania eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych na Niżu Polskim

Zasadniczą rolę w procesie prawidłowego uszczelniania otworu wiertniczego, poza czynnikami technicznymi, odgrywa rodzaj zastosowanego zaczynu cementowego. Receptura i parametry zaczynu uzależnione są przede wszystkim od występujących warunków geologicznych oraz technicznych panujących w otworze, w którym następuje proces wiązania i tworzenia się kamienia cementowego, a także od rodzaju przewiercanych warstw skalnych, głębokości końcowej, temperatury dynamicznej i statycznej oraz ciśnienia złożowego i szczelinowania.

Używane w tak ekstremalnych warunkach zaczyny cementowe powinny:

- zachowywać zdolność pompowania przez czas konieczny do wytlóczenia zaczynu cementowego w przestrzeń pierścieniową – powiększony o margines bezpieczeństwa (czas początku gęstnienia w warunkach HPHT powinien wynosić od około 180 minut do 300 minut, w zależności od głębokości otworu),
- wiązać w niedługim czasie po wpompowaniu do przestrzeni pierścieniowej (jednocześnie czas od momentu wytlóczenia płynnego zaczynu cementowego do momentu, w którym przechodzi on w fazę stałą, uzyskując zdolności szczelnego kamienia, powinien być jak najkrótszy),
- posiadać odpowiednie właściwości reologiczne, tzn. takie, które umożliwiają skuteczne wypieranie płuczki i cieczy buforowej z otworu przy zachowaniu jak najmniejszych oporów przepływu oraz umożliwiają uzyskanie jak największego promienia rozpląwu w uszczelnianym ośrodku,

Poziomy produktywnie na złożach Niżu Polskiego udostępniane są głównie podczas wiercenia otworu świdrem o średnicy umożliwiającej zapuszczenie kolumn rur 7". Cementowanie odbywa się często na zakładkę (o długości ok. 200÷300 metrów) w kolumnie rur technicznych o średnicy 9 5/8", usadawianej w stropie cechsztynu na głębokości wynoszącej około 2600÷2700 metrów. W pewnych przypadkach zapuszcza się i wykonuje cementowanie kolumny rur traconych 7" (ang. *liner*), które podwieszono są w kolumnie rur technicznych 9 5/8" przy pomocy wieżaka rurowego [4].

W tablicy 1 zamieszczono zestawienie wybranych otworów wiertniczych na Niżu Polskim, w których wykonano zabiegi cementowania eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych o średnicy 7" w okresie ostatnich lat [8].

- posiadać możliwość regulowania gęstości (w przedziale od około 2000 kg/m^3 do 2350 kg/m^3) dzięki wprowadzeniu odpowiedniej ilości środków obciążających,
- być stabilne pod względem sedymentacyjnym (posiadać zerowy odstój wody oraz filtrację w warunkach HPHT na poziomie nieprzekraczającym 50 $cm^3/30$ minut).

Stwardniały zaczyn cementowy po związaniu w otworze powinien ponadto [1, 2, 5, 12]:

- zapewniać dobrą izolację międzystrefową (po stwardnieniu tworzyć dobre wiązania z orurowaniem i skałą oraz posiadać zerową bądź minimalną przepuszczalność i jak najmniejszą porowatość),
- posiadać wysoką wytrzymałość na ściskanie w podwyższonej temperaturze i ciśnieniu,
- chronić orurowanie przed agresywnym działaniem cieczy wiertniczych oraz przed zgnieciem spowodowanym przez pęcznienie formacji skalnych,
- cechować się brakiem skurczu podczas twardnienia,
- być odpornym na korozję chemiczną (zwłaszcza siarczanową i magnezową), wysoką temperaturę i ciśnienie.

W celu uzyskania receptur zaczynów i kamieni cementowych spełniających powyższe wymagania należy stosować odpowiedni rodzaj cementu oraz szereg dodatków modyfikujących jego właściwości. Do cementowania kolumn rur eksploatacyjnych na Niżu Polskim powszechnie używany jest cement wiertniczy klasy G – HSR, o podwyższonej odporności na siarczany (API Cement Class G HSR). W tablicy 2 przedstawiono skład cementu G HSR, zgodnie z obowiązującą normą [6, 7].

Tablica 2. Wymagany skład cementu wiertniczego klasy G

Cement wiertniczy klasy G. Gatunek wysokoodporny na działanie siarczanów (HSR)	Zawartość [%]
Tlenek magnezu (MgO), co najwyżej:	6,0
Trójtlenek siarki (SO ₃), co najwyżej:	3,0
Strata prażenia, co najwyżej:	3,0
Pozostałość nierozpuszczalna, co najwyżej:	0,75
Krzemian trójwapniowy (C ₃ S) – co najwyżej:	65
– co najmniej:	48
Glinian trójwapniowy (C ₃ A), co najwyżej:	3
Glińnożelazian czterowapniowy (C ₄ AF) plus dwa razy glinian trójwapniowy (C ₃ A), co najwyżej:	24
Ogólna zawartość alkaliów wyrażona jako równoważnik tlenku sodu (Na ₂ O), co najwyżej:	0,75

- 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).

Oprócz wymienionych dodatków do zaczynów należy wprowadzić również lateks (zapobiegający ekshalacji gazu), krzemionkę (mączkę krzemionkową), podnoszącą odporność termiczną kamienia cementowego w wysokiej temperaturze, oraz materiał obciążający (nadający wymaganą gęstość zaczynowi cementowemu). W celu poprawy szczelności matrycy można także wprowadzać mikroce-ment (drobno mielony cement portlandzki), rysunek 1.

Dodatek lateksu powoduje hamowanie powstawania

Tablica 3. Warunki konieczne do spełnienia przez cement klasy G

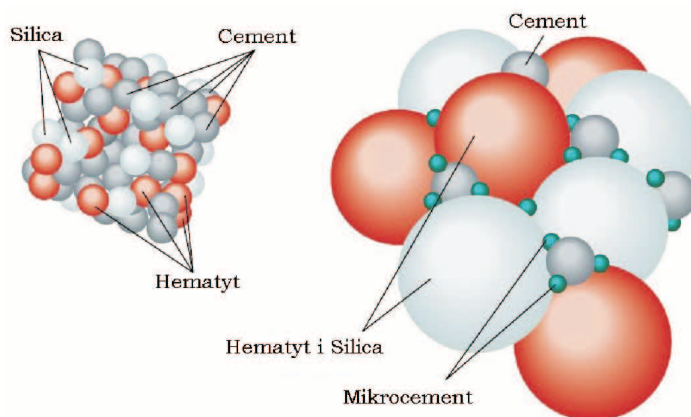
Badany parametr	Wymagana wartość
Ciężar właściwy oznaczany na wadze Baroid	Około 1900 kg/m ³
Woda wolna (odstój wody) oznaczana w kolbie miarowej	Po 2 godzinach maksymalnie 5,9%
Czas gęstnienia oznaczany w konsystometrze ciśnieniowym (temperatura 52°C, ciśnienie 36,5 MPa)	Największa dopuszczalna konsystencja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

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 wymagania fizyczne i eksploatacyjne zamieszczone w tablicy 3.

Aby można było użyć zaczynu cementowego w warunkach panujących na Niżu Polskim, musi on zawierać szereg składników. Poza koniecznością zastosowania odpowiedniego cementu wiertniczego zaczyn używany do uszczelniania kolumn rur eksploatacyjnych na Niżu Polskim powinien być zarabiany na 10-procentowej 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 niezbędne jest również zastosowanie do zaczynów uszczelniających szeregu środków modyfikujących [4, 5, 9, 10, 11]. Należą do nich dodatki:

- odpieniające (redukuja ilość powietrza zawartego w zaczynie),

kanałów gazowych w czasie wiązania, poprzez spajanie (łączenie) mikropęknięć w twardniejącym zaczynie cementowym. Lateks, będący wodną dyspersją kopolimeru butadienowo-styrenowo-amidowego z dodatkiem środków modyfikujących, stosowany jest jako zawiesina mleczna w postaci bardzo małych, sferycznych cząsteczek polimero- wych. Lateks wpływa na zmniejszenie przepuszczalności,



Rys. 1. Schemat ułożenia poszczególnych składników w obciążonym zaczynie cementowym [11]

zredukowanie kurczliwości oraz zwiększa elastyczność stwardniałego zaczynu cementowego. W systemach cementowych modyfikowanych lateksem cząsteczki lateksu 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. 15 μm zwiększa odporność kamienia cementowego na działanie wysokich temperatur (dodawana jest do zaczynów cementowych w temperaturze od 90°C).

Hematyt (Fe_2O_3) jest to minerał o zawartości żelaza do około 65÷70%. Po odpowiedniej obróbce (zmieleniu) może być stosowany do zwiększania gęstości zaczynów

cementowych. Zastosowany w badaniach materiał obciążający miał następujące parametry chemiczno-fizyczne:

- skład chemiczny: Fe_2O_3 – 93,1%, SiO_2 – 2,3%, FeO – 1,4%, Al_2O_3 – 0,9%, CaO – 0,6%, inne – śladowo,
- własności fizyczne: gęstość średnia 4980 kg/m^3 , gęstość nasypowa 2800 kg/m^3 , uziarnienie poniżej 0,075 mm.

W celu uzyskania jak najniższej porowatości stwardniałego zaczynu (a tym samym małej przepuszczalności matrycy cementowej) celowe jest zastosowanie drobnego materiału, który poprzez upakowanie się pomiędzy hydratyzującymi ziarnami klinkieru cementowego wypełni pustki pomiędzy ziarnami. Taką rolę może odegrać mikro cement powstały ze zmielonego cementu (powierzchnia właściwa mikro cementu – ok. 1200 m^2/kg , frakcje o wymiarach: $<2 \mu\text{m}$ – ok. 8%, $2\div 16 \mu\text{m}$ – ok. 82%, $>16 \mu\text{m}$ – ok. 10%).

Badania laboratoryjne

W Laboratorium Zaczynów Uszczelniających Instytutu Nafty i Gazu przy współpracy z Serwisem Cementacyjnym w Wołominie (który jest głównym krajowym wykonawcą prac cementacyjnych) opracowano szereg receptur obciążonych zaczynów cementowo-lateksowych o regulowanej gęstości dla obszaru Niżu Polskiego. Na podstawie wieloletnich badań i wymiany doświadczeń pomiędzy wymienionymi jednostkami dobrano odpowiednie rodzaje oraz ilości środków upłynniających, opóźniających i regulujących filtrację. Badania wykonywano 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 2000–2011 w INiG oraz Serwisie Cementacyjnym w Wołominie testowano różne rodzaje dodatków modyfikujących i spośród nich wybrano najbardziej odpowiednie do sporządzania zaczynów cementowych dla warunków panujących na dużych głębokościach na Niżu Polskim. Bazując na tych dodatkach, w INiG sporządzono szereg receptur zaczynów dla temperatur od 90°C do 120°C i ciśnień około 60÷70 MPa [9, 10].

Zaczyny zarabiano wodą zasoloną chlorkiem sodu w ilości 10% bwow (w stosunku do masy wody zarobowej). Środek odpieniający, 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 i hematyt mieszano razem z cementem wiertniczym G (oraz w niektórych badaniach z mikro cementem). Tak przygotowaną mieszaninę składników sypekich dodawano do przygotowanej uprzednio wody zarobowej.

Po sporządzeniu płynnego zaczynu cementowego wykonywano badania parametrów reologicznych (lepkość plastyczna, granica płynięcia), określano gęstość i rozlewność. Regulowanie reologii zaczynów cementowych realizowano przy zastosowaniu specjalnie dobranych upłynniaczy. Mierzono odstój wody w cylindrze miarowym ustawionym pod kątem 90°, określano filtrację oraz czas gęstnienia zaczynu w warunkach HPHT. Notowano wartości konsystencji 30 Bc (początek gęstnienia) i 100 Bc (koniec gęstnienia).

Przy opracowywaniu receptur zaczynów uwzględniano wymagania, jakie powinien spełniać zaczyn cementowo-lateksowy o podwyższonej gęstości, aby zapewnić sprawne wykonanie zabiegu cementowania i skuteczne uszczelnienie eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych na Niżu Polskim. Zwracano więc głównie uwagę na to, aby zaczyn cementowy nie posiadał zbyt dużych lepkości, cechował się zerowym odstojem wody oraz filtracją mniejszą niż 50 $\text{cm}^3/30 \text{ min}$, jak również odpowiednim dla danych warunków otworowych czasem gęstnienia, przy zachowaniu krótkiego okresu przejścia pomiędzy konsystencją 30 Bc a 100 Bc. Czas początku gęstnienia zaczynu powinien przewyższać planowany czas zabiegu cementowania o tzw. margines bezpieczeństwa, wynoszący co najmniej 30÷60 minut.

W tablicy 4 zamieszczono zestawienie receptury, a w tablicy 5 – wyniki badań zaczynów cementowych dla różnych warunków panujących podczas cementowania kolumn rur eksploatacyjnych na Niżu Polskim.

Zaczyny cementowe badane w temperaturze 90°C i ciśnieniu 60 MPa (składy nr 1, 2, 3) posiadały gęstości od

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

Skład zaczynu	Temperatura, ciśnienie	w/c	Odpieniacz [%]	Uplynniacz [%]*	Dodatek antyfil-tracyjny [%]	Opóźniacz [%]**	Lateks zagrani-czny [%]	NaCl bwow [%]***	Mączka krze-mionkowa [%]	Hematyt [%]	Mikrocement [%]	Cement G [%]
Nr 1	90°C 60 MPa	0,34	0,5	0,5 ^A	0,15	0,3 ^C	20,0	10	10	30	–	100
Nr 2		0,36	0,5	0,5 ^A	0,15	0,3 ^C	20,0	10	10	40	10	100
Nr 3		0,37	0,5	0,5 ^A	0,15	0,3 ^C	20,0	10	10	50	–	100
Nr 4	95°C 60 MPa	0,35	0,4	1,0 ^B	–	0,4 ^C	18,0	10	20	40	–	100
Nr 5		0,38	0,5	0,3 ^B	0,3	0,5 ^C	20,0	10	20	30	10	100
Nr 6	110°C 70 MPa	0,40	0,5	0,5 ^A	0,3	0,2 ^D	20,0	10	35	60	–	100
Nr 7		0,34	0,5	0,4 ^A	0,1	0,4 ^D	25,0	10	10	70	–	100
Nr 8		0,38	0,5	0,4 ^A	0,1	0,4 ^D	25,0	10	10	100	–	100
Nr 9	120°C 70 MPa	0,34	0,5	0,4 ^A	0,1	0,4 ^D	20,0	10	10	50	–	100
Nr 10		0,34	0,5	0,4 ^A	0,1	0,4 ^D	25,0	10	10	70	–	100
Nr 11		0,38	0,5	0,4 ^A	0,1	0,4 ^D	25,0	10	10	100	–	100
Nr 12		0,38	0,5	0,4 ^A	0,1	0,45 ^D	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)

2050 kg/m³ do 2140 kg/m³. Ich czasy gęstnienia wynosiły około 3 godz. 40 min ÷ 4 godz. Dla zaczynu nr 2 (gęstość 2100 kg/m³) z dodatkiem 10% mikrocementu wykonano badania wczesnej wytrzymałości na ściskanie (rysunek 2) oraz wytrzymałości na ściskanie na kostkach (fotografia 1, rysunek 7, tablica 6), a także pomiary porowatości (tablica 7, rysunek 8). Zaczyn nr 2 zaczął wiązać przed upływem 5 godzin. Wytrzymałość w okresie do 72 godzin (3 dni) oznaczana na ultradźwiękowym analizatorze cementu (UCA) narastała do wartości 22 MPa, co świadczy o dobrym stanie związania zaczynu w środowisku otworopodobnym. Po 28 dniach próbka nr 2 uzyskała wytrzymałość na ściskanie około 30 MPa (rysunek 7, tablica 6). Porowatość ogólna próbki nr 2 wynosiła 30,4%. Pory największe (powyżej 10 000 nm) stanowiły zaledwie około 1,8% całości, a pory najmniejsze (poniżej 100 nm) – aż 95% całkowitej ich ilości.

W temperaturze 95°C i ciśnieniu 60 MPa wykonano badania dla zaczynów nr 4 i 5. Zaczyny te posiadały gęstość równą 2030 kg/m³ i 2060 kg/m³. Ich czasy 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 rysunki 3, 4, 5, 6), wykonaną za pomocą mikroskopu skaningowego. Wytrzymałość na ściskanie

stwardniałego zaczynu nr 4 po 28 dniach hydratacji wyniosła około 33 MPa (rysunek 7, tablica 6).

Zaczyny cementowe testowane w temperaturze 110°C i ciśnieniu 70 MPa oznaczono numerami od 6 do 8. Posiadały one gęstości w granicach od 2180 kg/m³ do 2290 kg/m³, a ich czasy gęstnienia wynosiły od 4 godz. do 6 godz. Dla zaczynu nr 6 (z dodatkiem 60% hematytu i 35% mączki krzemionkowej) wykonano badania porowatości. Porowatość ogólna próbki nr 6 wynosiła 28,1%. Pory największe (o średnicy powyżej 10 000 nm) stanowiły jedynie 1,3% całkowitej ilości porów, a pory o wielkości od 10 000 do 100 nm zajmowały około 1% całości. Najmniejsze pory, o średnicy poniżej 100 nm, stanowiły około 97,7% wszystkich porów (tablica 7, rysunek 9). Próbka nr 6 po okresie 28 dni utwardzania posiadała wytrzymałość na ściskanie około 35 MPa (rysunek 7, tablica 6).

Badania w temperaturze 120°C i ciśnieniu 70 MPa wykonano dla czterech zaczynów cementowych o numerach 9, 10, 11 i 12. Zaczyny te posiadały gęstość z przedziału od 2150 kg/m³ do 2350 kg/m³. Czasy gęstnienia wynosiły około 3 godz. 30 min ÷ 4 godz. Zaczyn nr 9, zawierający 50% hematytu, po 28 dniach hydratacji posiadał bardzo wysoką wytrzymałość na ściskanie, przekraczającą 35 MPa (rysunek 7, tablica 6).

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

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

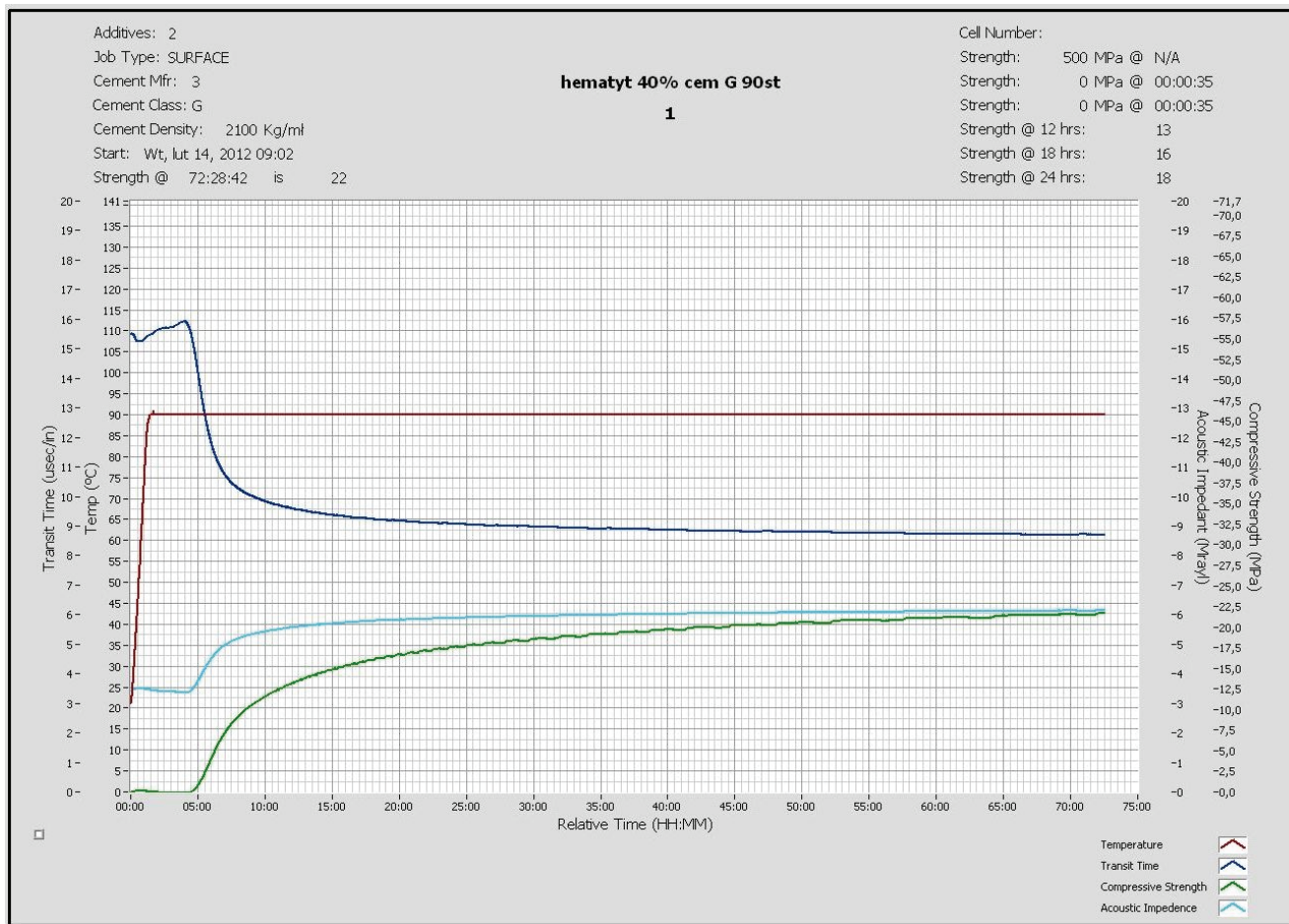
Filtracje wszystkich badanych zaczynów w temperaturach od 90°C do 120°C były niższe od 50 cm³/30 min (wynosiły z reguły około 30÷40 cm³/30 min, w zależności od ilości użytego środka antyfiltracyjnego i lateksu). Odstoje wody testowanych zaczynów były zerowe, a lepkości plastyczne wynosiły w większości przypadków około sto kilkadziesiąt mPa · s (co pozwala na sprawne zatłoczenie zaczynu do przestrzeni międzyrurowej).

Obliczenia statystyczne (tablica 6) wykonane na podstawie uzyskanych wyników pomiarowych zmierzały do wyznaczenia średnich wartości wytrzymałości na ściskanie poszczególnych próbek oraz określenia przedziału ufności (dla przyjętego współczynnika ufności: $1 - \alpha = 0,95$). Dla wybranego składu zamieszczono tam również wyniki oznaczeń wytrzymałości na ściskanie dla trzech próbek

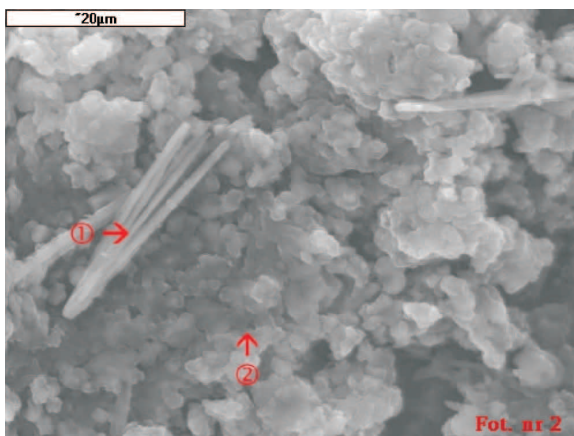
(zgodnie z PN-EN ISO 10426) i obliczoną na ich podstawie średnią arytmetyczną wytrzymałość na ściskanie (w MPa).



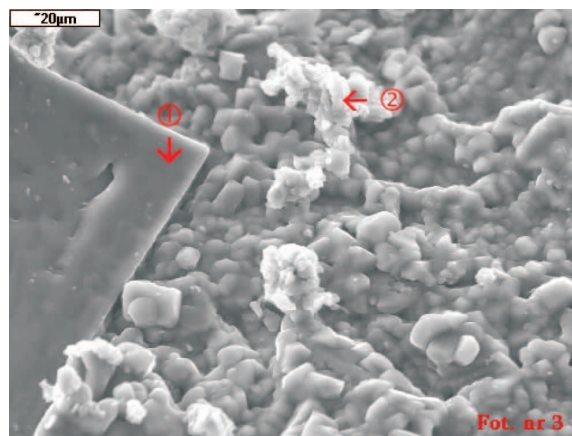
Fot. 1. Kostki o wymiarach 2 × 2 × 2 cale sporządzone z zaczynu cementowego nr 2, do badania wytrzymałości na ściskanie (czas hydratacji 7 dni)



Rys. 2. Przebieg zmian 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⁻. Pow. 2000x [9]



Fot. 3. Mikrostruktura stwardniałego zaczynu nr 4. Widoczny zbitý żel fazy CSH modyfikowany jonami Cl⁻, tworzący przerosty z regularnymi kryształami halitu (NaCl). Pow. 2000x [9]

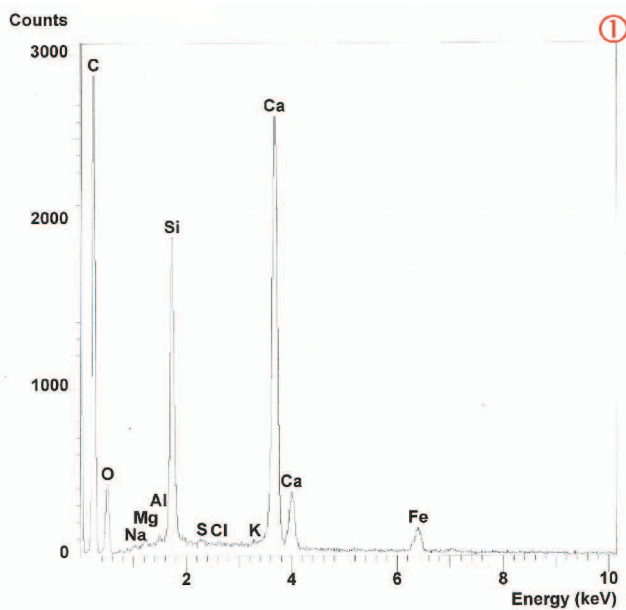
W kolejnych rubrykach tablicy 6 zamieszczono obliczenia:

- odchylenia standardowego z próby

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

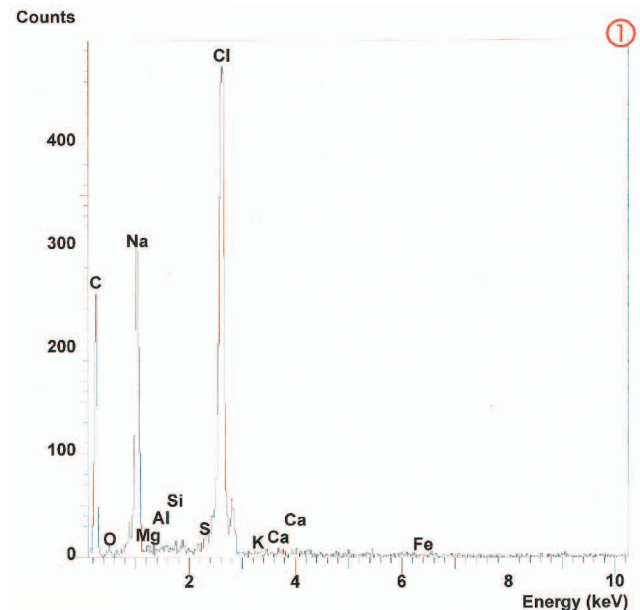
- poziomu ufności (*)

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



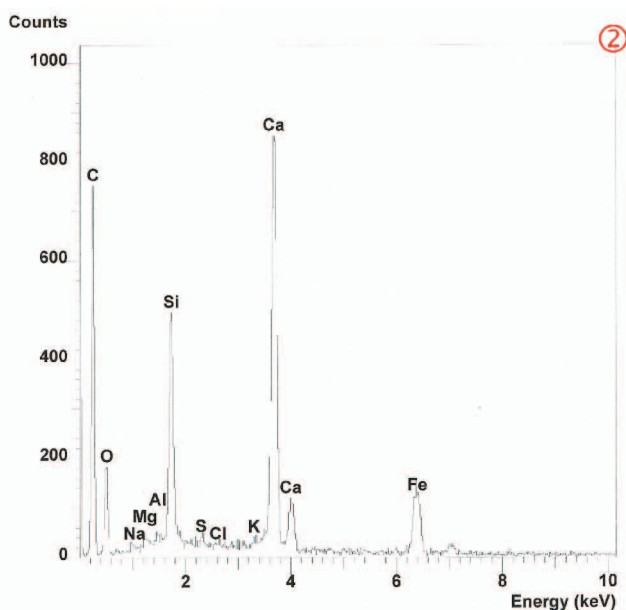
Pkt. 1 do fot. nr 2

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



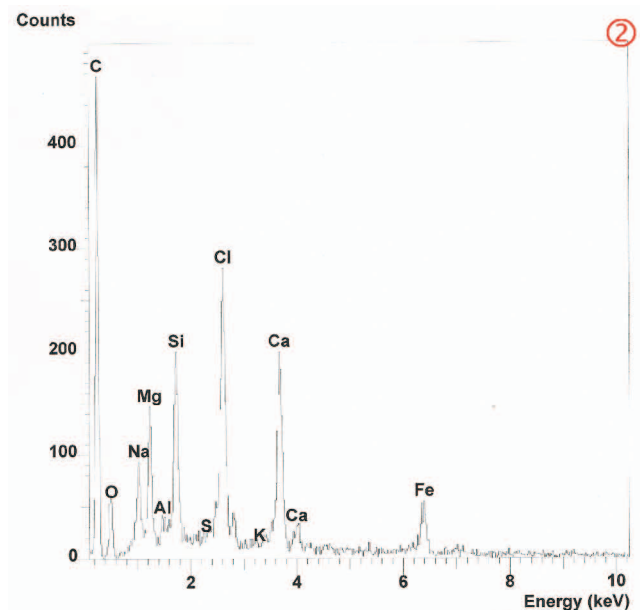
Pkt. 1 do fot. nr 3

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



Pkt. 2 do fot. nr 2

Rys. 4. Analiza pierwiastkowa próbki widocznej na fotografii 2 w pkt. 2, świadcząca o obecności fazy CSH, która tworzy przerosty z hematytem (Fe_2O_3) oraz kalcytem



Pkt. 2 do fot. nr 3

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

- 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 $1 - \alpha = 0,95$.

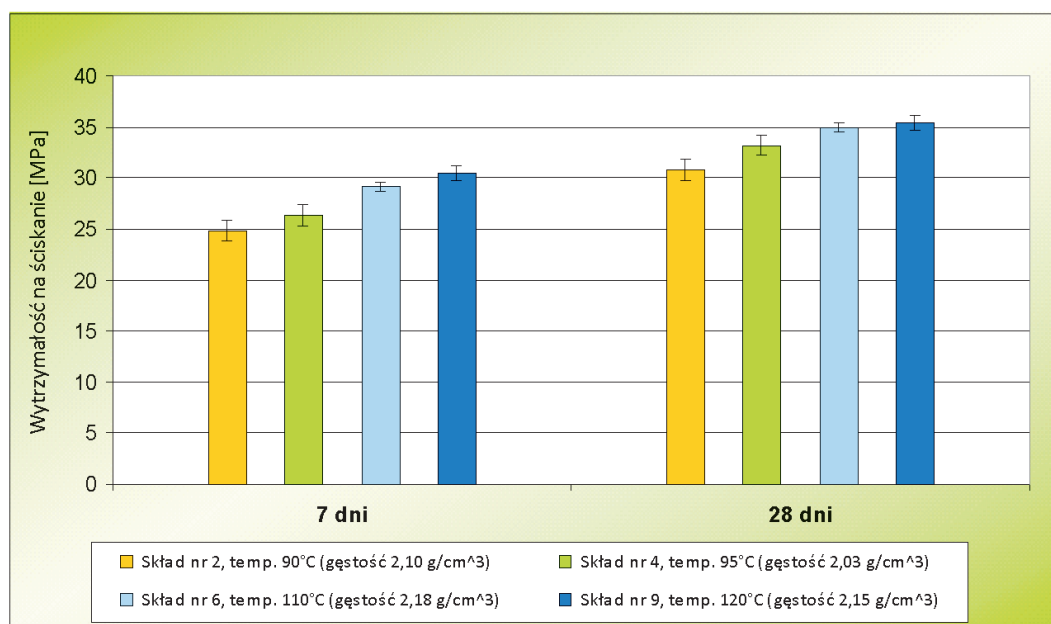
gdzie: n – liczebność próby, x_i – wyniki próby, \bar{x} – średnia arytmetyczna z próby, t_α – wartość zmiennej t-Studenta odczytana z tablicy tego rozkładu dla $n - 1$ stopni swobody, p – prawdopodobieństwo, że wytrzymałość na ściskanie kamienia cementowego jest równa $1 - \alpha$ w przedziale opisanym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

Tablica 6. Obliczenia statystyczne dla uzyskanych wyników badań wytrzymałości na ściskanie próbek kamieni cementowych, deponowanych w temperaturach od 90°C do 120°C

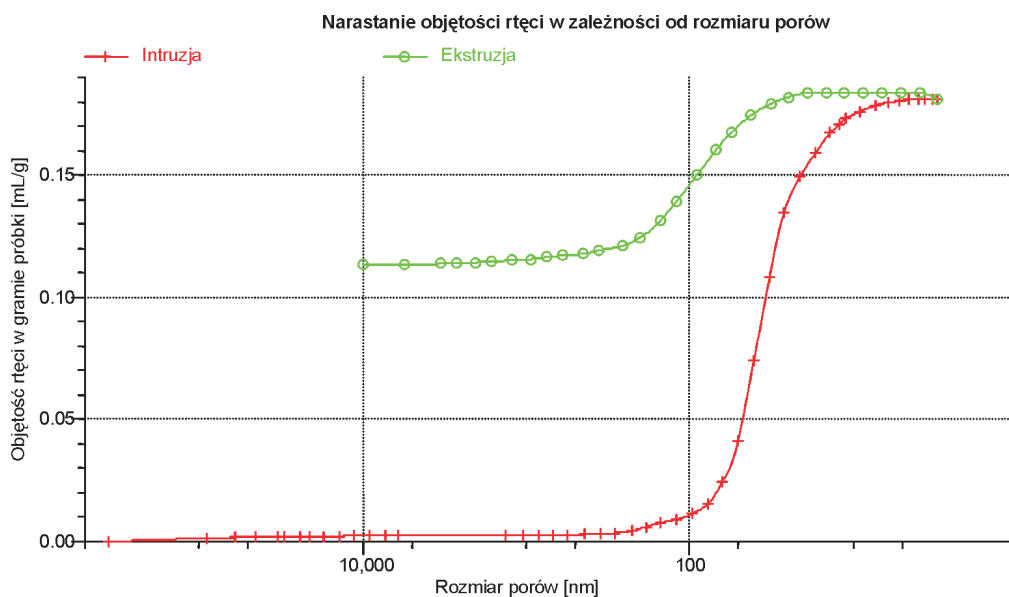
Próbka kamienia cementowego	Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie (Ws) dla trzech próbek stwardniałego zaczynu cementowego [MPa]			Średnia arytmetyczna Ws [MPa]	Odchylenie standardowe z próby	Poziom ufności (dla $1 - \alpha = 0,95$)	Przedział ufności (dla $1 - \alpha = 0,95$)
	Próba 1	Próba 2	Próba 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

Tablica 7. Porowatość ogólna i rozkład średnicy porów dla stwardniałych zaczynów cementowych nr 2 i nr 6

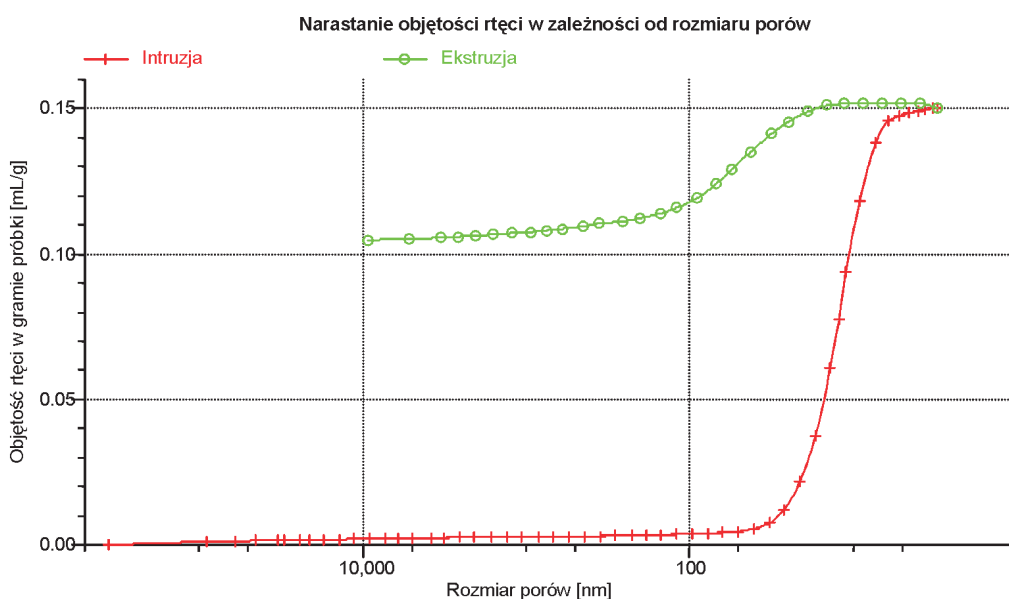
Próbka	Porowatość ogólna [%]	Udział procentowy porów o danej średnicy [%]		
		> 10 000 nm	10 000÷100 nm	<100 nm
Nr 2	30,4	1,8	3,2	95,0
Nr 6	28,1	1,3	1,0	97,7



Rys. 7. Wytrzymałość na ściskanie dla próbek kamieni cementowych badanych w temperaturach od 90°C do 120°C



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



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

Podsumowanie

Instytut Nafty i Gazu przy współpracy z Serwisem Cementacyjnym w Wołominie opracował szereg receptur obciążonych zaczynów cementowych o gęstości od 2050 kg/m³ do 2350 kg/m³, które z powodzeniem stosuje się do uszczelniania kolumn rur eksploatacyjnych na Niziu Polskim. Receptury te wykorzystywane są w otworach o temperaturze dynamicznej od około 90°C do około 120°C. Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że do sporządzania zaczynów cementowych w tych warunkach należy używać cementu wiertniczego klasy G typu HSR, spełniającego wymogi normy PN-EN ISO 10426-1. Stosowane w zaczy-

nie dodatki i domieszki muszą mieć 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). Można również użyć mikroceментu, w celu lepszego uszczelnienia matrycy stwardniałego zaczynu i uzyskania bardziej zwartej mikrostruktury.

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

w INiG za pomocą specjalistycznej aparatury. Badania te obejmują wszystkie najważniejsze parametry technologiczne, które mogą bezpośrednio wpływać na przebieg i skuteczność wykonania zabiegu cementowania rur. Gęstość zaczynu dostosowywana jest do wartości gradientu ciśnienia złożowego i ciśnienia szczelinowania, filtracja obniżana do wartości poniżej 50 cm³/30 minut, a odstój wody redukowany do zera. Regulowane są także parametry reologiczne. Czas początku gęstnienia zaczynu (czas, po którym zaczyn uzyskał konsystencję 30 Bc) jest dobierany w ten sposób, aby przewyższał on zaplanowany czas zabiegu uszczelniania rur o tzw. margines bezpieczeństwa. W laboratorium INiG określany jest również rozwój wczesnej wytrzymałości mechanicznej (metodą nieniszcząca, za pomocą ultradźwiękowego analizatora cementowego). Na tej podstawie uzyskiwane są informacje, po jakim czasie zaczyn cementowy zaczyna przechodzić

z fazy płynnej w fazę stałą. Wytrzymałość na ściskanie, a także porowatość czy mikrostruktura próbek badana jest po utwardzeniu świeżego zaczynu cementowego w specjalnych autoklawach (składniki zaczynów dobierane są w ten sposób, aby wytrzymałość kamienia cementowego była jak najwyższa, a porowatość jak najniższa – przy minimalnym udziale porów kapilarnych). Wytrzymałość na ściskanie opracowanych próbek po okresie 28 dni jest bardzo wysoka i przewyższa 30 MPa. Porowatość badanych próbek jest niewielka, a 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 cementowania głębokich kolumn rur eksploatacyjnych udostępniających złoża węglowodorów na Niżu Polskim ulega ciągłej poprawie.

Literatura

- [1] Bensted J., Smith J.: *Cementy wiertnicze z historycznej perspektywy*. Oilwell Cements. Part 6. An Historic Perspective. „Cement-Wapno-Beton” 2008, nr 3.
- [2] Bensted J.: *Cementy wiertnicze*. Oilwell Cements. „Cement-Wapno-Beton” 2002, nr 6.
- [3] Herman Z., Migdał M.: *Problemy cementowania rur okładzinowych na Niżu Polskim*. „Nafta-Gaz” 1998, nr 12.
- [4] Nalepa J.: *Problemy związane z cementowaniem głębokich otworów wiertniczych*. Sympozjum Naukowo-Techniczne Cementy w budownictwie, robotach wiertniczych i inżynierskich oraz hydrotechnice, Piła-Płotki 2001.
- [5] Nelson E.B.: *Well Cementing*. Schlumberger Educational Service. Houston, Teksas, USA, 1990.
- [6] PN-EN ISO 10426-1 *Przemysł naftowy i gazowniczy – Cementy i materiały do cementowania otworów – część 1: Specyfikacja*.
- [7] PN-EN ISO 10426-2 *Przemysł naftowy i gazowniczy – Cementy i materiały do cementowania otworów – część 2: Badania cementów wiertniczych*.
- [8] Protokoły z rurowania i cementowania otworów na Niżu Polskim w latach 2008–2011.
- [9] Rzepka M. 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.
- [10] Rzepka M.: *Wpływ warunków otworowych na procesy korozyjne zachodzące w stwardniałych zaczynach cementowych stosowanych w wiertnictwie*. Praca doktorska, AGH. Kraków 2005.
- [11] Strona internetowa firmy Dowell-Schlumberger: High-Pressure, High-Temperature Well Construction, <http://www.slb.com>, dostęp: październik 2010 r.
- [12] Stryczek S., Gonet A.: *Wymagania odnośnie zaczynów uszczelniających stosowanych w technologiach wiertniczych*. Sympozjum Naukowo-Techniczne Cementy w budownictwie, robotach wiertniczych i inżynierskich oraz hydrotechnice, Piła-Płotki 2001.



Mgr inż. Marcin KREMIENIEWSKI – absolwent Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Pracownik Instytutu Nafty i Gazu Oddział w Krośnie. Zajmuje się badaniami zaczynów cementowych stosowanych do uszczelniania rur okładzinowych w otworach wiertniczych.



Dr inż. Marcin RZEPKA – absolwent AGH w Krakowie. Pracownik Instytutu Nafty i Gazu Oddział w Krośnie. Zajmuje się zagadnieniami związanymi z doborem i opracowaniem składów zaczynów cementowych o zróżnicowanych właściwościach technologicznych dla różnorodnych warunków złożowych oraz badaniami testującymi parametry świeżych i stwardniałych zaczynów cementowych.



Mgr Edyta DĘBIŃSKA – absolwentka Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie. Pracownik Zakładu Technologii Wiercenia Instytutu Nafty i Gazu, Oddział Krosno. Zajmuje się badaniami zaczynów cementowych stosowanych do uszczelniania rur okładzinowych w otworach wiertniczych.