

Marcin Rzepka*, Stanisław Strzyzek**

**LABORATORYJNE METODY OCENY TRWAŁOŚCI
STWARDNIAŁYCH ZACZYNÓW CEMENTOWYCH
STOSOWANYCH DO USZCZELNIANIA
OTWORÓW WIERTNICZYCH*****

1. WPROWADZENIE

Stwardniały zaczyn cementowy w otworze wiertniczym narażony jest na działanie ekstremalnych warunków takich, jak m.in.: wysoka temperatura i bardzo wysokie ciśnienie panujące na dużych głębokościach. Na trwałość stwardniałego zaczynu niekorzystnie wpływa również obecność wysoko zmineralizowanych solanek złożowych. Na obszarze naszego kraju problem ten dotyczy szczególnie rejonu Niżu Polskiego, gdzie skuteczna ochrona płaszczu cementowego przed czynnikami agresywnymi nabiera wyjątkowego znaczenia.

Panujące na dużych głębokościach (ponad trzech tysięcy metrów) temperatury często przekraczają 100÷120°C, a ciśnienie dochodzi do 70 MPa. Solanki złożowe na Niżu Polskim należą do wyjątkowo agresywnych. Ich mineralizacja przekracza 300 g/litr, przy bardzo wysokim stężeniu jonów chlorkowych, magnezowych i siarczanowych.

Obserwowane w praktyce uszkodzenia płaszczu cementowego są różnorodne i trudne do usystematyzowania ze względu na nakładanie się na siebie różnych zjawisk. Przy zetknięciu z wodą i rozpuszczonymi w niej składnikami reakcje chemiczne pomiędzy zaczynem cementowym a czynnikami agresywnymi można przedstawić jako zakłócenie stanu równowagi w stwardniałym zaczynie przez ługowanie i odprowadzanie składników na zewnątrz oraz jako reakcje, prowadzące do zniszczenia jego mikrostruktury przez powstawanie związków o niskiej wytrzymałości lub związków pęczniejących.

Do oceny trwałości poszczególnych rodzajów zaczynów cementowych oraz poznania zjawisk zachodzących w strukturze stwardniałego zaczynu cementowego pod wpływem

* Instytut Nafty i Gazu, Oddział Krosno

** Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu AGH, Kraków

*** Praca została zrealizowana w ramach badań statutowych WWiG AGH nr 11.11.190.01

działania czynników agresywnych konieczne jest prowadzenie szczegółowych badań laboratoryjnych w warunkach otworopodobnych (wysoka temperatura, wysokie ciśnienie, obecność solanki złożowej). W tym celu opracowano metodykę oceny trwałości stwardniałych zaczynów cementowych, wykorzystywana szczególnie w badaniach zaczynów cementowych przeznaczonych do uszczelniania otworów wiertniczych na Niżu Polskim.

2. METODYKA OCENY TRWAŁOŚCI STWARDNIAŁYCH ZACZYNÓW CEMENTOWYCH

Przed zastosowaniem nowej receptury zaczynu cementowego w warunkach przemysłowych zaleca się przeprowadzenie badań jej trwałości w warunkach laboratoryjnych, symulujących środowisko otworu wiertniczego. Umożliwiają one odpowiedni dobór spoiwa hydraulicznego oraz dodatków modyfikujących własności zaczynów dla zapewnienia wysokiej trwałości stwardniałych zaczynów cementowych stosowanych do uszczelniania przestrzeni pierścieniowej szczególnie w głębokich otworach wiertniczych.

Metodyka oceny trwałości stwardniałych zaczynów cementowych polega na:

- wytypowaniu odpowiednich zaczynów cementowych do badań;
- wytypowaniu i przygotowaniu środowisk agresywnych w zależności od rejonu wierceń (odpowiednie solanki złożowe, ciśnienie, temperatura panująca na dnie otworu);
- sporządzaniu zaczynów cementowych i formowaniu próbek w kształcie beleczek i walców;
- dwudniowym przechowywaniu próbek w wodzie o temperaturze odpowiadającej założonej temperaturze;
- rozformowywaniu próbek i poddawaniu ich działaniu wytypowanych środowisk agresywnych na określony w harmonogramie czas;
- okresowym dokonywaniu oceny wizualnej próbek, wykonywaniu fotografii oraz prowadzeniu założeń w harmonogramie badań;
- wymianie roztworów solanek złożowych nie rzadziej niż co pół roku.

Stwardniałe zaczyny cementowe przechowuje się w różnych warunkach. W temperaturach od 20 do 95°C próbki są deponowane w ciepłarkach w ciśnieniu atmosferycznym, natomiast w temperaturach od 100 do 120°C w autoklawach w ciśnieniu do 20 MPa.

W celu oceny trwałości stwardniałych zaczynów cementowych wykonuje się:

- badania wytrzymałości na ściskanie (za pomocą maszyny wytrzymałościowej);
- badania przepuszczalności dla gazu (przy użyciu aparatu do badania przepuszczalności);
- badania parametrów sprężystych na podstawie pomiarów prędkości rozchodzenia się podłużnych i poprzecznych fal ultradźwiękowych;
- oznaczenie mikroporowatości stwardniałych zaczynów cementowych na podstawie analizy przebiegu krzywych ciśnień kapilarnych;
- oznaczanie mikrostruktury i składu fazowego metodą elektronowej mikroskopii skaningowej SEM z mikroanalizą rentgenowską; badania te umożliwiają obserwację obiektów bardzo niewielkich rozmiarów, dzięki zdolności rozdzielczej mikroskopu schodzącej poniżej 10 nm, i pozwalają określić skład pierwiastkowy badanej powierzchni lub też badanego punktu.

3. PRZYKŁADOWE WYNIKI BADAŃ LABORATORYJNYCH TRWAŁOŚCI STWARDNIAŁYCH ZACZYNÓW CEMENTOWYCH

Badania trwałości stwardniałych zaczynów cementowych wykonywano na podstawie metodyki opisanej w poprzednim rozdziale. Przykłady receptur poddanych badaniom zamieszczono w tabeli 1 (składy nr 1 i 2 deponowano w warunkach otworopodobnych przez 365 dni).

Tabela 1
Składy zaczynów cementowych oraz warunki ich ekspozycji

Nr	Skład zaczynu cementowego *	Ilość [%]	Gęstość zaczynu i warunki ekspozycji
1	Woda wodociągowa, $w/c = 0,35$	22	Gęstość zaczynu: 2000 kg/m ³
	Lateks	18	Temperatura: 95 i 120°C
	NaCl	10	Ciśnienie: 0,1 i 20 MPa
	Mączka krzemionkowa	20	Woda wodociągowa A oraz solanki złożowe: B, C.
	Hematyt	40	
	Cement hutniczy CEM III/A 32,5	100	Czas ekspozycji: 1 rok
2	Woda wodociągowa, $w/c = 0,35$	22	Gęstość zaczynu: 2030 kg/m ³
	Lateks	18	Temperatura: 95 i 120°C
	NaCl	10	Ciśnienie: 0,1 i 20 MPa
	Mączka krzemionkowa	20	Woda wodociągowa A oraz solanki złożowe: B, C
	Hematyt	40	
	Cement WG	100	Czas ekspozycji: 1 rok

* W skład zaczynów wchodziły również dodatki odpinające, upłynniające, regulujące czas wiązania oraz obniżające filtrację.

** Ilości dodatków odmierzane były w stosunku do suchej masy cementu.

Solanki złożowe o symbolu B i C użyte w badaniach laboratoryjnych pochodziły z rejonu Niżu Polskiego: (solanka B o mineralizacji ogólnej 336 g/l i zawartości jonów agresywnych: $Mg^{+2} = 1,7$ g/l, $Cl^{-} = 203,1$ g/l oraz $SO_4^{2-} = 0,7$ g/l; solanka C o mineralizacji ogólnej 326 g/l i zawartości jonów agresywnych: $Mg^{+2} = 36,1$ g/l, $Cl^{-} = 218,1$ g/l oraz $SO_4^{2-} = 0,9$ g/l).

W tabelach 2 i 3 zamieszczono wybrane parametry wytrzymałościowe stwardniałych zaczynów cementowych, przedstawiono kształtowanie się przepuszczalności dla gazu, parametrów sprężystych oraz porowatości. Na rysunkach 1–6 przedstawiono fotografie przykładowych beleczek stwardniałych zaczynów cementowych, a na rysunkach 7–10 mikrostruktury wybranych zaczynów.

Tabela 2

Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie oraz przepuszczalności dla gazów stwardniałych zaczynów cementowych o składzie nr 1 i nr 2 deponowanych w wodzie wodociągowej A i solankach B i C

Czas deponowania	Skład nr 1 (cement CEM III/A 32,5)			Skład nr 2 (cement WG)		
	Wytrzymałość na ściskanie po czasie [MPa]					
	woda A	solanka B	solanka C	woda A	solanka B	solanka C
28 dni	26,1	23,4	28,3	32,6	30,7	24,6
90 dni	33,0	30,2	35,1	34,4	33,2	14,8
180 dni	35,0	38,5	38,3	40,5	36,2	14,1
1 rok	40,0	41,9	16,0	35,3	30,6	10,3
	Przepuszczalność dla gazu po czasie [$\times 10^{-15} \text{ m}^2$]					
	woda A	solanka B	solanka C	woda A	solanka B	solanka C
	28 dni	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
90 dni	0,00	0,00	0,12	0,00	0,00	0,40
180 dni	0,00	0,00	0,33	0,00	0,03	2,80
1 rok	0,00	0,00	1,24	0,04	0,09	ubytki

Tabela 3

Wybrane parametry sprężyste oraz struktura porów stwardniałych zaczynów

Nr zaczynu	Czas ekspozycji	Z [MRayl]	E [GPa]	P [%]	Procentowy udział objętości porów [%]			
					< 10	10÷50	50÷100	> 100
					[nm]			
Nr 1 Solanka B	28 dni	5,91	17,7	7,45	80,5	8,4	1,0	10,1
	1 rok	7,03	19,0	4,39	81,5	12,1	1,7	4,7
Nr 1 Solanka C	28 dni	6,25	16,1	8,71	70,4	16,8	1,0	11,8
	1 rok	8,03	21,2	9,83	69,4	21,8	2,2	6,6
Nr 2 Solanka B	28 dni	6,88	14,3	24,91	56,7	40,4	0,4	2,5
	1 rok	7,23	21,8	6,90	81,6	12,1	1,3	5,0
Nr 2 Solanka C	28 dni	6,71	15,3	25,74	51,1	43,3	1,0	4,6
	1 rok	7,53	21,4	7,87	82,2	8,8	1,9	7,1

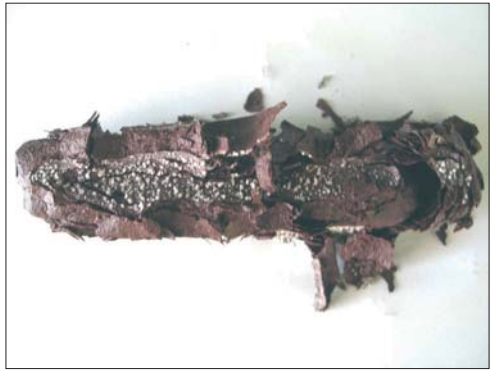
Z – impedancja akustyczna,

E – moduł Younga,

P – porowatość ogólna



Rys. 1. Skład nr 1, solanka C, 95°C, 180 dni



Rys. 2. Skład nr 2, solanka C, 95°C, 180 dni



Rys. 3. Skład nr 1, solanka C, 95°C, 365 dni



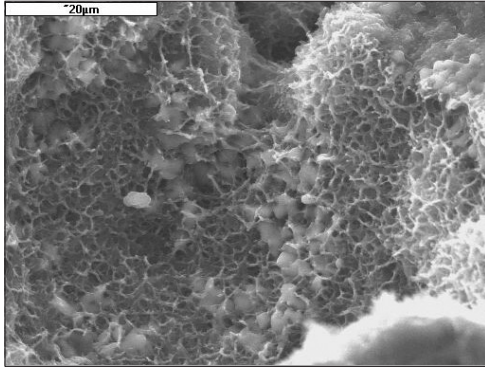
Rys. 4. Skład nr 2, solanka C, 95°C, 365 dni



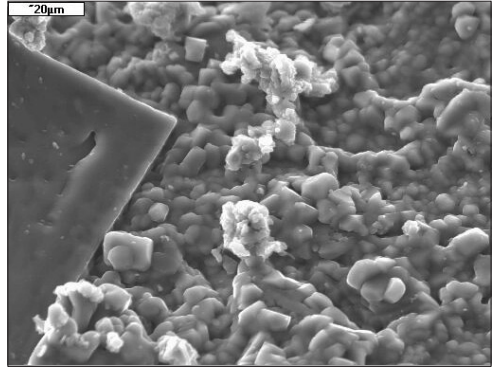
Rys. 5. Skład nr 1, solanka B, 120°C, 20 MPa,
365 dni



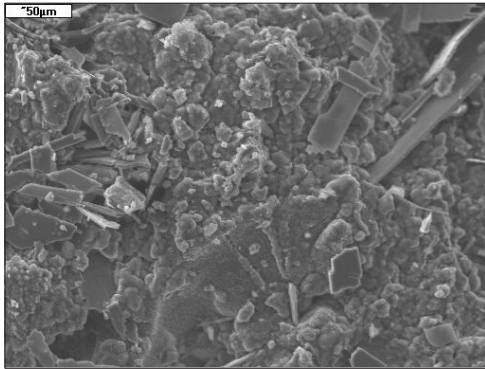
Rys. 6. Skład nr 2, solanka B, 120°C, 20 MPa,
365 dni



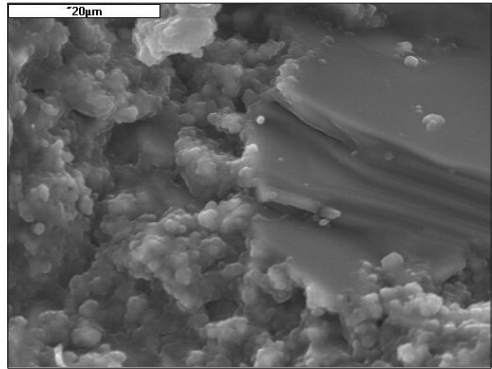
Rys. 7. Mikrostruktura zaczynu o składzie nr 1 zarobionego 10% solanką NaCl (bwow) i deponowanego w solance C (w temp. 95°C przy ciśnieniu atmosferycznym) przez 365 dni. Widoczna faza CSH tzw. „plaster pszczeli”, tworząca przerosty z halitem. Pow. 2000×



Rys. 8. Mikrostruktura zaczynu o składzie nr 2 zarobionego 10% solanką NaCl (bwow) i deponowanego w solance C (w temp. 95°C przy ciśnieniu atmosferycznym) przez 365 dni. Widoczny zbity żel fazy CSH modyfikowany jonami chlorowymi Cl⁻, tworzący przerosty z regularnymi kryształami NaCl (halitu). Pow. 1000×



Rys. 9. Mikrostruktura zaczynu o składzie nr 1 zarobionego 10% solanką NaCl (bwow) i deponowanego w solance C (w temp. 120°C przy ciśnieniu 20 MPa) przez 365 dni. W zbitej masie skryształizowanego zaczynu widoczne liczne produkty korozji, tworzące przerosty głównie z fazą CSH i hydrogranatami. Pow. 350×



Rys. 10. Mikrostruktura zaczynu o składzie nr 2 zarobionego 10% solanką NaCl (bwow) i deponowanego w solance C (w temp. 120°C przy ciśnieniu 20 MPa) przez 365 dni. Widoczne wyraźne kryształy gipsu dwuwodnego, tworzące przerosty z produktami korozji chlorkowo-siarczanowo-magnezowej. Pow. 2000×

4. PODSUMOWANIE

- 1) W artykule omówiono laboratoryjne metody oceny trwałości stwardniałych zaczynów cementowych używanych w wiertnictwie w pracach cementacyjnych oraz zamieszczono przykładowe wyniki wykonanych badań.

- 2) Kompleksowe badania wytrzymałości mechanicznej, przepuszczalności dla gazu, porowatości, parametrów sprężystych a także mikrostruktury dają szczegółowy obraz procesów destrukcyjnych, zachodzących w płaszczu cementowym podczas długotrwałego oddziaływania warunków otworowych (tj. zmineralizowanych solanek złożowych, wysokiej temperatury i wysokiego ciśnienia).
- 3) Wyniki badań trwałości zaczynów cementowych wykorzystywane są na bieżąco do doskonalenia opracowywanych receptur zaczynów dla różnorodnych warunków geologiczno-technicznych, panujących w konkretnych otworach wiertniczych.
- 4) Znajomość mechanizmu destrukcji stwardniałych zaczynów cementowych w wielu przypadkach wyjaśnia przyczyny powstałych ekshalacji płynów złożowych oraz pozwala na przewidywanie prawdopodobieństwa wystąpienia ekshalacji w czasie wieloletniej eksploatacji odwiertów.

LITERATURA

- [1] Bojarski L., Sadurski A.: *Wody podziemne głębokich systemów krążeniowych na Niżu Polskim*. Przegląd Geologiczny, 48, 7, 2000
- [2] Gruener M.: *Korozja i ochrona betonu*. Warszawa, Arkady 1983
- [3] Herman Z., Migdał. M.: *Problemy cementowania rur okładzinowych na Niżu Polskim*. Nafta-Gaz, 12, 1998
- [4] Nelson E.B.: *Well Cementing*. Houston, Teksas, USA, Schlumberger Educational Service 1990
- [5] Rzepka M.: *Wpływ solanek magnezowych z obszaru Niżu Polskiego na trwałość stwardniałego zaczynu cementowego w warunkach otworopodobnych*. Nafta-Gaz, 7–8, 2004
- [6] Stryczek S., Brylicki W., Rzepka M.: *Oddziaływanie warunków otworowych na procesy destrukcji stwardniałych zaczynów cementowych stosowanych w wiertnictwie*. Rocznik AGH Wiertnictwo Nafta Gaz, 21/1, 2004