NAFTA-GAZ

Nafta-Gaz 2019, nr 10, s. 613-624, DOI: 10.18668/NG.2019.10.03

Korelacja wyników badań wytrzymałości na ściskanie i przyczepności do rur stalowych płaszcza cementowego z zaczynu o obniżonej gęstości

Correlation of cement sheath mixed of lightweight slurry compression strength and adhesion to steel pipes tests results

Marcin Kremieniewski

Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy

STRESZCZENIE: Podczas projektowania receptury zaczynu cementowego jednym z najczęściej określanych parametrów po związaniu zaczynu jest jego wytrzymałość na ściskanie. Parametr ten może być badany za pomocą metody niszczącej w hydraulicznej prasie wytrzymałościowej, jednak w ostatnich latach coraz częściej wytrzymałość mechaniczną wyznacza się przy użyciu metody nieniszczącej – poprzez pomiar prędkości przenikania fali w ultradźwiękowym analizatorze cementu. Ze względu na to, że jest to badanie proste do przeprowadzenia, ponieważ urządzenie automatycznie rejestruje przyrost wytrzymałości mechanicznej w jednostce czasu, to badanie takie najczęściej wykonuje się w ośrodkach badawczych, a wyniki są umieszczane w wytycznych do cementowania. Należy jednak zaznaczyć, że pod względem poprawy efektywności uszczelniania i stabilizacji kolumn rur okładzinowych bardziej istotna jest przyczepność tworzącego się płaszcza cementowego do powierzchni rur okładzinowych i formacji skalnej. Jednak tego rodzaju wyniki badań najczęściej są zaniedbywane. Ze względu na zależność pomiędzy wartością wytrzymałości mechanicznej i przyczepności stwardniałego zaczynu do powierzchni rur stalowych występuje możliwość obliczenia z dużym prawdopodobieństwem wartości przyczepności na podstawie uzyskanych wyników wytrzymałości na ściskanie stwardniałego zaczynu. Istnieją publikacje poruszające tematykę zależności analizowanych cech, jednak nie natrafiono na wyniki analizy korelacyjnej, na podstawie czego można by było określić, w jakim stopniu porównywane parametry mogą się pokrywać, a szczególnie w przypadku próbek z zaczynów o obniżonej gęstości. W związku z powyższym w niniejszej publikacji omówione zostały wyniki badań, na podstawie których przeprowadzono analizę korelacyjną wartości wytrzymałości na ściskanie i przyczepności do rur stalowych płaszcza cementowego powstałego z zaczynu o obniżonej gęstości. Analiza korelacyjna została wykonana dla wyników badań wartości wytrzymałości na ściskanie i przyczepności do rur stalowych próbek powstałych z 9 receptur zaczynów lekkich. Zaczyny podzielono na 3 grupy w zależności od rodzaju dodatku obniżającego gęstość. Dodatkową zmienną była temperatura i ciśnienie hydratacji. Dla tak sporządzonych próbek stwardniałych zaczynów wykonane zostały badania wytrzymałości na ściskanie oraz badanie przyczepności stwardniałego zaczynu do rury stalowej po czasie hydratacji wynoszącym 2, 7, 14 oraz 28 dni. Następnie uzyskane wyniki zostały poddane analizie korelacyjnej, na podstawie której określono relacje pomiędzy analizowanymi cechami. Korelowano zależność przyczepności do rur od wartości wytrzymałości dla dwóch grup analizowanych cech. W pierwszej grupie analizie poddano stały skład zaczynu w zmieniającej się temperaturze pomiaru, natomiast w drugiej grupie analizowano różne receptury zaczynów w tej samej temperaturze. Na podstawie uzyskanych wyników wykreślono równania empiryczne. Obliczono również, jaki procentowy udział w wartości wytrzymałości na ściskanie stanowi wartość przyczepności do rur stalowych. Uzyskane wyniki mogą być pomocne przy określaniu wartości przyczepności płaszcza cementowego z zaczynu lekkiego do rur stalowych w przypadku posiadania tylko wartości wytrzymałości na ściskanie.

Słowa kluczowe: wytrzymałość na ściskanie, przyczepność do rur stalowych, płaszcz cementowy, cementowanie otworów, korelacja, zaczyn o obniżonej gęstości, zaczyn lekki.

ABSTRACT: When designing the cement slurry recipe, one of the most commonly deter-mined parameters after setting the slurry is its compressive strength. This parameter can be tested by a destructive method using a hydraulic testing machine. In recent years, however, mechanical strength has increasingly been determined using a non-destructive method by measuring the speed of wave penetration in the Ultrasonic Cement Analyzer. As this test is simple to perform because the device automatically records the increase in mechanical strength per unit of time, it is most often carried out in research centers, and the results are included in the cementing guidelines. It should be noted that in terms of improving the efficiency of sealing and stabilization of the casing pipe columns, the adhesion of the cement sheath to the surface of the casing and rock formation is more important. However, these types of test results are mostly neglected. Due to the relationship between the value of mechanical strength and adhesion of the hardened cement slurry to the surface

Autor do korespondencji: M. Kremieniewski, e-mail: marcin.kremieniewski@inig.pl

Artykuł nadesłano do Redakcji 24.05.2019 r. Zatwierdzono do druku 23.09.2019 r.

of steel pipes, it is possible to calculate the adhesion value with high probability based on the obtained compressive strength of the hardened cement slurry. There are publications on the dependencies of the analyzed features, but no correlation analysis results based on which it would be possible to determine to what extent the compared parameters can overlap were found, especially in the case of lightweight cement slurries. This publication therefore discusses the results of the research on the basis of which a correlation analysis of the values of compressive strength and adhesion to steel pipes of the cement sheath produced from reduced density cement slurry was carried out. The said analysis was carried out for the results of the tests of compressive strength and adhesion values for steel pipes of samples made from 9 lightweight cement slurries recipes. The cement slurries were divided into 3 groups depending on the type of density-reducing additive. An additional variable was the temperature and hydration pressure. For such prepared samples of hardened cement slurries, compressive strength tests and adhesion tests of hardened slurry to steel pipe after hydration time of 2, 7, 14 and 28 days were performed. The obtained results were then subjected to a correlation analysis on the basis of which the relations between the analyzed features were determined. The dependence of adhesion to pipes depending on the strength value for two groups of analyzed features was correlated. In the first group, a constant composition of cement slurries with changing temperature of the measurement was analyzed, while in the second group, various recipes of cement slurries were analyzed at the same temperature. On the basis of the obtained results, empirical equations were plotted. It was also calculated what percentage share of the value of compressive strength constitutes the value of adhesion to steel pipes. The results obtained can be helpful in determining the adhesion value of the cement sheath made of lightweight slurry to steel pipes when only compressive strength values are available.

Key words: compressive strength, cement bond, cement sheath, well cementing, correlation, lightweight cement slurry.

Wprowadzenie

Odpowiednie zacementowanie przestrzeni pierścieniowej jest jednym z najważniejszych etapów realizacji wiercenia otworu. Po wtłoczeniu zaczyn cementowy wiąże w czasie od kilku godzin do kilku dni (zależnie od warunków i składu zaczynu), aż do powstania związanego płaszcza cementowego. Prawidłowo dobrana receptura zaczynu pozwala na utworzenie trwałej, nieprzepuszczalnej struktury płaszcza cementowego, który dodatkowo powinien się charakteryzować wysoką wartością wytrzymałości mechanicznej (Bayu et al., 2010; Joel i Ademiluyi, 2011; Kremieniewski et al., 2015; Kremieniewski, 2017). W branży naftowej wyróżnia się dwa typy wytrzymałości mechanicznej. Pierwszym jest wczesna wytrzymałość, która tworzy się we wczesnej fazie wiązania cementu, po przygotowaniu i zatłoczeniu zaczynu do otworu. Natomiast drugi typ to wytrzymałość długoterminowa, której wzrost następuje po zakończeniu procesu hydratacji cementu, czyli trwa od 28 dni do nawet kilku lat (Herianto i Fathaddin, 2005; Labibzadeh et al., 2010; Kremieniewski i Rzepka, 2016b; Stryczek et al., 2016; Cement – właściwości i zastosowanie).

Zachodzące w zaczynie reakcje hydratacji pomiędzy ziarnami cementu i wodą są częścią bardzo złożonego procesu, który obejmuje nie tylko reakcje hydratacji, ale także hydrolizy oraz procesy kongruentnego i inkongruentnego rozpuszczania składników klinkieru w fazie ciekłej. Ponadto w czasie twardnienia zaczynu cementowego zachodzi szereg reakcji pomiędzy składnikami cementu. Reakcja cementu z wodą, czyli hydratacja, to proces bardzo skomplikowany i do dnia dzisiejszego wzbudza niekiedy spory i dyskusje (Nelson, 1990; Kudowski, 2010; Kremieniewski, 2018b). Podczas wiązania i narastania wytrzymałości mechanicznej dochodzi do kilku reakcji hydratacji, które mają kluczowe znaczenie dla wytrzymałości powstającego w otworze płaszcza cementowego. Należy zaznaczyć, że hydratacja cementu nie przebiega liniowo, początkowo proces ten zachodzi powoli, co pozwala na odpowiednie umiejscowienie zaczynu przed związaniem (Barron, 2010; Rageh et al., 2017; Kremieniewski i Rzepka 2018; Kremieniewski, 2019). Po wtłoczeniu zaczynu w planowany do zacementowania interwał następuje przyspieszenie procesu hydratacji pod wpływem podwyższonej temperatury i ciśnienia.

Oprócz przyrostu wytrzymałości mechanicznej tworzącego się w przestrzeni pierścieniowej płaszcza cementowego bardzo ważne jest otrzymanie możliwie wysokich wartości przyczepności na kontakcie stwardniałego zaczynu cementowego z formacją skalną oraz z powierzchnią rur okładzinowych. Pozwoli to na uzyskanie odpowiedniej izolacji



Rys. 1. Maszyna do badania wytrzymałości na ściskanie **Fig. 1.** Compression strength testing machine

pokładów produktywnych w odwiercie. Przyczyni się również do ochrony kolumny rur okładzinowych przed szkodliwym oddziaływaniem wód wgłębnych, a także do wzrostu właściwości nośnych wobec kolumny rur (Raczkowski et al., 1978; Fawzi, 2012; Kremieniewski, 2018a). Należy zaznaczyć, że można wyróżnić dwa typy przyczepności na kontakcie rury-stwardniały zaczyn cementowy-ściana otworu. Pierwszy typ to przyczepność mechaniczna płaszcza cementowego do powierzchni rur okładzinowych i do powierzchni skały. Natomiast drugi rodzaj przyczepności to szczelność hydrauliczna na kontakcie rury okładzinowe-stwardniały zaczyn cementowy oraz stwardniały zaczyn cementowy-ściana otworu (Raczkowski et al., 1978; Rzepka et al., 2012). Przyczepność mechaniczną można zdefiniować jako stosunek siły koniecznej do wytworzenia ruchu kolumny rur okładzinowych do powierzchni kontaktu rur z płaszczem cementowym. Badanie prowadzi się za pomocą maszyny do badania wytrzymałości mechanicznej stwardniałego zaczynu cementowego (rys. 1).

Drugi rodzaj przyczepności określany jest mianem hydraulicznej szczelności na kontakcie stwardniałego zaczynu cementowego z powierzchnią rur okładzinowych. Parametr ten wpływa na ograniczenie ewentualnej migracji płynów pomiędzy poszczególnymi przewierconymi horyzontami. Szczelność hydrauliczną można zdefiniować jako minimalne ciśnienie płynu, przy którym rozpocznie się przepływ na kontakcie rura okładzinowa–stwardniały zaczyn lub płaszcz cementowy–ściana otworu (Raczkowski et al., 1978; Rzepka i Stryczek, 2008).

Według literatury (Raczkowski et al., 1978; Falode et al., 2013) przyczepność stwardniałego zaczynu uzależniona jest od oddziaływania produktów hydratacji cementu na tlenek żelaza i wytworzenia uwodnionych żelazianów wapnia. Istotne sa również siły adhezji, które wzrastają wskutek wcześniejszego powlekania powierzchni rur warstwą piaskowo-żywiczną. Na podstawie danych (Raczkowski et al., 1978; Bensted, 2004) uważa się, że płaszcz cementowy o długości 10 metrów jest w stanie utrzymać kolumnę rur 7-calowych (q = 50 kG/mb) o długości 3000 metrów pod warunkiem uzyskania jednostkowej siły przyczepności wynoszącej 0,3 MPa. Natomiast aby utrzymać tę samą kolumnę rur przy zastosowaniu zaczynu o sile przyczepności równej 0,01 MPa, wymagana jest 300-metrowa długość płaszcza cementowego. Z dużym przybliżeniem przyjmuje się, że jednostkowa siła przyczepności wynosząca 0,1 MPa jest wystarczająca do utrzymania kolumny rur w przypadku, gdyby zacementowano ja w interwale równym 1% jej długości (Raczkowski et al., 1978; Kremieniewski i Rzepka, 2016a).

Badania, które prowadzili Raczkowski, Fugiel i Stryczek (Raczkowski et al., 1978), potwierdzają istnienie dużej zależności analizowanych własności mechanicznych stwardniałych zaczynów cementowych, głównie ich wytrzymałości na ściskanie, wytrzymałości na zginanie i przyczepności do rur stalowych. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów po 7 dniach hydratacji zaczynów o normalnej gęstości (około 1800 kg/m³) stwierdzono znaczne powiązanie przyczepności stwardniałego zaczynu cementowego do rur okładzinowych z jego własnościami mechanicznymi. Wyznaczone zostały równania regresyjne (1), (2), które pozwalają określić przyczepność stwardniałego zaczynu cementowego do stali na podstawie jego własności mechanicznych.

$$Q_p = 0,246 \cdot Rg + 3,64 \tag{1}$$

$$Q_p = 0,11 \cdot Rc + 2,66 \tag{2}$$

gdzie:

- Q_p mechaniczna przyczepność stwardniałego zaczynu cementowego do stali [kG/cm²],
- *Rg* mechaniczna wytrzymałość stwardniałego zaczynu cementowego na zginanie [kG/cm²],
- Rc mechaniczna wytrzymałość stwardniałego zaczynu cementowego na ściskanie [kG/cm²].

Analizując powyższe rozważania, można stwierdzić, że przyczepność płaszcza cementowego do powierzchni styku ze skałą lub rurą może być parametrem bardziej istotnym z punktu widzenia poprawy nośności i efektywności uszczelniania niż jego wytrzymałość na ściskanie. Przy czym należy zaznaczyć, że wytrzymałość mechaniczna jest zawsze określana i wymagana w projektach cementowania, natomiast przyczepność płaszcza cementowego do rur okładzinowych czy formacji skalnej często zostaje pominięta. Można to w pewnym sensie tłumaczyć brakiem możliwości sprzętowych niektórych ośrodków badawczych lub koniecznością przedstawienia w projekcie tylko wybranych danych. Jednak, jak już wspomniano, możliwe jest określenie z dużym przybliżeniem przyczepności na kontakcie stwardniałego zaczynu i powierzchni rur okładzinowych na podstawie pomiaru wytrzymałości mechanicznej stwardniałego zaczynu cementowego. Prowadzone były badania porównawcze (Raczkowski et al., 1978) własności mechanicznych stwardniałego zaczynu, jednak nie natrafiono na analizy korelacyjne wyników badań (głównie dla próbek z zaczynów o obniżonej gęstości), dlatego też w niniejszej publikacji postanowiono omówić uzyskane wyniki analizy korelacyjnej wytrzymałości na ściskanie i przyczepności do rur stalowych płaszcza cementowego powstałego z zaczynu lekkiego.

Przebieg prac badawczych

Analizę korelacyjną wytrzymałości na ściskanie i przyczepności do rur stalowych płaszcza cementowego przeprowadzono

NAFTA-GAZ

na podstawie wyników badań, które zostały zrealizowane w Laboratorium Zaczynów Uszczelniających INiG - PIB. Badania wytrzymałości na ściskanie zostały wykonane zgodnie z normą PN-EN 10426-2 Przemysł naftowy i gazowniczy. Cementy i materiały do cementowania otworów. Część 2: Badania cementów wiertniczych oraz API SPEC 10 Specification for materials and testing for well cements. Badania przeprowadzono przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Chandler Engineering model 4207. Natomiast badania przyczepności do rur stalowych wykonane zostały na podstawie normy PN-85/G-02320 Cementy i zaczyny cementowe do cementowania w otworach wiertniczych. W celu przeprowadzenia badań użyto zestawu pomiarowego przedstawionego na rysunkach od 2a do 2d. Po przygotowaniu pierścieni stalowych o chropowatości powierzchni wynoszącej $Rz = 10 \,\mu m$ według PN-58/M-04251 - formy z umieszczonym współśrodkowo rdzeniem (rys. 2a i 2b) wypełniano zaczynem cementowym i przechowywano w wannie termostatycznej w wodzie wodociągowej w warunkach otworopodobnych (temperatura i ciśnienie) przez ustalony czas.



Rys. 2. Próbka do oznaczania przyczepności stwardniałego zaczynu cementowego na kontakcie z rurą okładzinową; a) próbka zdemontowana, b) próbka gotowa do użycia, c) próbka z zaczynem cementowym, d) próbka gotowa do wykonania pomiaru (ze stwardniałym zaczynem cementowym)

Fig. 2. Sample for determining the adhesion of hardened cement slurry to the casing pipe; a) sample disassembled, b) sample ready for use, c) sample with cement slurry, d) sample ready for measurement (with hardened cement slurry)

Po upływie wymaganego czasu hydratacji cementu próbkę (rys. 2d) umieszczano między dwiema płytami maszyny wytrzymałościowej, gdzie pod wpływem płynnie przykładanego obciążenia mierzono siłę zerwania przyczepności na kontakcie stwardniałego zaczynu cementowego z rurą. Każdorazowo po wykonanym badaniu obliczano przyczepność stwardniałego zaczynu cementowego w MPa według wzoru (3).



Rys. 3. Schemat próbki do oznaczania przyczepności stwardniałego zaczynu cementowego do stali; 1 – pierścień zewnętrzny, 2 – rdzeń wewnętrzny, 3 – podstawka powodująca "dystans", 4 – stwardniały zaczyn cementowy

Fig. 3. Sample diagram for determining the adhesion of hardened cement slurry to steel; 1 – outer ring, 2 – inner core, 3 – "distance" forming stand, 4 – hardened cement slurry

$$\sigma_P = \frac{P}{S} \cdot 10^{-3} \tag{3}$$

gdzie:

- P siła nacisku powodująca zerwanie połączenia stwardniałego zaczynu cementowego z rurą stalową [kN],
- s powierzchnia styku próbki skały ze stwardniałym zaczynem cementowym [m²].

W celu przeprowadzenia analizy korelacyjnej sporządzono 9 receptur zaczynów przeznaczonych do uszczelniania kolumn rur okładzinowych w warunkach temperatury 30°C, 50°C i 70°C oraz ciśnienia wynoszącego odpowiednio: 5 MPa, 10 MPa i 17 MPa. Wodą zarobową do sporządzania próbek była woda wodociągowa. Zaczyny podzielone zostały na trzy grupy, a kryterium podziału był rodzaj użytego dodatku redukującego gęstość zaczynu. W pierwszej grupie zaczynów (1 do 3) zastosowano mikrosfery glinokrzemianowe, druga grupa zaczynów (4 do 6) sporządzona została na bazie perlitu filtracyjnego jako środka redukującego gęstość, natomiast w trzeciej grupie zaczynów, oznaczonych numerami od 7 do 9, do obniżenia gęstości użyto mikrosfer szklanych. Wszystkie zaczyny zawierały bentonit, dozowany w stosunku do ilości wody zarobowej (BWOW¹) w celu utrzymania zawiesiny lekkich frakcji w objętości zaczynu. Pozostałe dodatki i domieszki dozowano w stosunku do ilości cementu (BWOC²). Zaczyny zawierały również środek odpieniający, upłynniający oraz antyfiltracyjny w ilościach niezbędnych do uzyskania odpowiednich parametrów decydujących o efektywności uszczelniania. Środka skracającego lub wydłużającego czas wiązania i gęstnienia użyto

¹BWOW - (z ang. by weight of water) - w stosunku do objętości wody.
²BWOC - (z ang. by weight of cement) - w stosunku do masy cementu.

w ilości koniecznej do uzyskania optymalnego czasu wiazania zaczynu w danych warunkach otworopodobnych (temperatura i ciśnienie). Receptury zaczynów należace do trzeciej grupy (7 do 9) zawierały 0,5% krzemionki koloidalnej. Składy zaczynów z pierwszej i drugiej grupy posiadały współczynnik wodno-cementowy wynoszacy 1, natomiast w przypadku zaczynów należących do grupy trzeciej w/c obniżone zostało do wartości 0,75. Wszystkie zaczyny sporządzono na bazie cementu wiertniczego klasy G. Receptury zaczynów zostały pogrupowane w zależności od składu, a tym samym gęstości zaczynu. Jako zmienną w danej grupie zaczynów uwzględniono temperaturę, ponieważ wykazuje ona silny wpływ na parametry mechaniczne stwardniałego zaczynu. Składy omawianych zaczynów dla warunków otworowych z temperaturą od 30°C do 70°C i ciśnieniem w zakresie od 5 MPa do 17 MPa zestawiono w tabeli 1, natomiast uzyskane wyniki badań przedstawiono w tabeli 2.

Zaczyny cementowe należące do pierwszej grupy (nr od 1 do 3), w której zastosowano 40% mikrosfery glinokrzemianowej, posiadały gęstość 1270 kg/m³. Wytrzymałość na ściskanie w temperaturze hydratacji 30°C wynosiła od 5,7 MPa po 2 dniach hydratacji do 8,8 MPa po 28 dniach hydratacji. Wzrost wartości wytrzymałości uzyskano w wyższej temperaturze – w 50°C wytrzymałość po 2 dniach hydratacji była równa 7,8 MPa i wzrastała do wartości 12,3 MPa po 28 dniach hydratacji. Natomiast w maksymalnej spośród badanych temperatur hydratacji otrzymano wytrzymałość 9,6 MPa po 2 dniach utwardzania próbki, która to wartość wzrosła do 14,3 MPa po 28 dniach sezonowania w temperaturze 70°C i pod ciśnieniem 17 MPa.

W drugiej grupie zaczynów, opisanych numerami od 4 do 6, do obniżenia gęstości użyto 10% perlitu filtracyjnego. Zaczyny należące do tej grupy posiadały nieznacznie wyższą gęstość niż w grupie poprzedniej i wynosiła ona 1300 kg/m³. Może być to tłumaczone znacznie mniejszą koncentracją dodatku redukującego gęstość zaczynu. Prawdopodobnie ze względu na większą wartość gęstości otrzymano również nieznacznie wyższe niż w poprzedniej grupie wartości wytrzymałości na ściskanie. W temperaturze hydratacji 30°C wytrzymałość wynosiła 5,9 MPa po 2 dniach hydratacji i wzrastała do wartości 10,5 MPa po 28 dniach hydratacji. Wzrost temperatury do wartości 50°C skutkował uzyskaniem wytrzymałości na ściskanie w zakresie od 10,3 MPa po 2 dniach do 14,8 MPa po 28 dniach sezonowania próbki w warunkach otworopodobnych, natomiast w 70°C wytrzymałość wynosiła 10,6 MPa po 2 dniach i wzrosła do 16,3 MPa po 28 dniach deponowania próbki w warunkach HTHP³.

Gęstość zaczynów należących do trzeciej grupy (numery od 7 do 9) została zredukowana wskutek wprowadzenia do receptury 10% mikrosfery szklanej rodzaj GS. Są to wydajne mikrosfery o niskiej wartości gęstości nasypowej, wynoszącej 180 kg/m³, jednak ich wytrzymałość na ściskanie jest niewielka jak na dostępne obecnie próbki mikrosfer szklanych i wynosi 20 MPa. W tej grupie zaczynów zastosowano również 0,5% krzemionki koloidalnej oraz obniżono współczynnik wodno-cementowy do wartości 0,75. Gęstość otrzymanych zaczynów wynosiła 1390 kg/m³. Użycie szklanych mikrosfer skutkowało otrzymaniem najwyższych wartości wytrzymałości na ściskanie w temperaturze hydratacji 30°C i 50°C. Uzyskano od 8,1 MPa po 2 dniach do 12,8 MPa po 28 dniach w temp. 30°C oraz od 12,3 MPa do 24,5 MPa po 28 dniach w 50°C. Wzrost temperatury do 70°C skutkował obniżeniem wartości wytrzymałości próbek po 7, 14 i 28 dniach hydratacji. Powyższe może być tłumaczone zakresem ciśnienia stosowalności wprowadzonych do zaczynu mikrosfer (ciśnienie maksymalne to <20 MPa). Mimo że wytrzymałość na ściskanie mikrosfer GS wynosi 20 MPa, a próbki hydratyzowały w ciśnieniu 17 MPa, to jednak w połączeniu z podwyższoną temperaturą (70°C) struktura mikrosfer mogła ulegać zniszczeniu, co powodowało obniżenie wytrzymałości na ściskanie po 7, 14 oraz 28 dniach hydratacji.

Przebieg zmian wartości wytrzymałości próbek w zależności od temperatury hydratacji przedstawiono na rysunku 2.

Analizując uzyskane wartości przyczepności stwardniałego zaczynu cementowego do stali dla badanych próbek, stwierdzono porównywalny trend proporcjonalnego wzrostu wartości przyczepności wraz z rosnącą temperaturą. W pierwszej grupie próbek z zaczynów z dodatkiem mikrosfery glinokrzemianowej otrzymano wartości przyczepności stwardniałego zaczynu do powierzchni stalowej w zakresie od 1,3 MPa po 2 dniach do 2,7 MPa po 28 dniach hydratacji w temperaturze 30°C. Wzrost temperatury do 50°C skutkował nieznaczną poprawą przyczepności, wynoszącą od 1,8 MPa po 2 dniach hydratacji do 3 MPa po 28 dniach hydratacji. Natomiast w temperaturze 70°C uzyskano przyczepność w przedziale od 2,3 MPa (2 dni hydratacji) do 3,7 MPa (28 dni hydratacji).

W drugiej grupie próbek, z zaczynów zawierających 10% perlitu, uzyskano tylko nieznaczną poprawę przyczepności, wynoszącą: w temperaturze 30°C od 1,7 MPa (2 dni hydratacji) do 2,9 MPa (28 dni hydratacji), w temperaturze 50°C od 2,4 MPa (2 dni hydratacji) do 4,1 MPa (28 dni hydratacji) do 4,1 MPa (28 dni hydratacji) do 4,1 MPa (28 dni hydratacji).

Natomiast w trzeciej grupie próbek, w której zaczyny zawierały 10% mikrosfery szklanej GS, wartości przyczepności były najwyższe i wynosiły od 2,5 MPa po 2 dniach hydratacji próbki do 5,1 MPa po 28 dniach hydratacji w temperaturze 30°C. Wzrost temperatury do 50°C skutkował zwiększeniem się przyczepności na kontakcie stwardniałego zaczynu do stali w zakresie od 3,9 MPa (2 dni) do 8 MPa (28 dni). Dalszy wzrost

³Z ang. *high temperature, high pressure* – w warunkach podwyższonej temperatury i ciśnienia.

THE POINT IS STOLLED IN STOLLED			מימיזאלוווא מיווו					n TIAT / T M	
Dla temperatury	30°C	50°C	70°C	30°C	50°C	70°C	30°C	50°C	70°C
SKŁAD	ZACZYN 1	ZACZYN 2	ZACZYN 3	ZACZYN 4	ZACZYN 5	ZACZYN 6	ZACZYN 7	ZACZYN 8	ZACZYN 9
Współczynnik wodno-cementowy	w/c = 1,0	w/c = 1,0	w/c = 1,0	w/c = 1,0	w/c = 1,0	w/c = 1,0	w/c = 0,75	w/c = 0,75	w/c = 0,75
Bentonit (BWOW)	2,0%	2,0%	0,2%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%	1,0%
Środek odpieniający	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%
Środek upłymniający	0,3%	0,3%	0,3%	0,3%	0,4%	0,4%	0,3%	0,3%	0,3%
Środek antyfiltracyjny	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%	0,4%
Środek skracający czas gęstnienia	3,0%	2,0%	I	3,0%	2,0%	I	4,0%	3,0%	1,0%
Środek wydłużający czas gęstnienia	I	I	0,15%	I	I	I	I	I	1
Krzemionka koloidalna CB75	I	I	I	I	I	I	0,5%	0,5%	0,5
Perlit filtracyjny	I			10,0%	10,0%	10,0%	I	I	
Mikrosfery	40,0%	40,0%	40,0%	I	I	I	I	I	I
Mikrosfery szklane GS	I	I	I	I	I	I	10,0%	10,0%	10,0%
Cement CEM G	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%

Tabela 2. Parametry badanych receptur zaczynów dla warunków otworowych z temperaturą od 30°C do 70°C i ciśnieniem w zakresie od 5 MPa do 17 MPa **Table 2.** Parameters of cement slurries tested for borehole conditions with temperature from 30°C to 70°C and pressure in the range from 5MPa to 17 MPa

							0			
Tempera Ciśnieni	tura [°C] ie [MPa]	30°C 5 MPa	50°C 10 MPa	70°C 17 MPa	30°C 5 MPa	50°C 10 MPa	70°C 17 MPa	30°C 5 MPa	50°C 10 MPa	70°C 17 MPa
Para	metr	ZACZYN 1	ZACZYN 2	ZACZYN 3	ZACZYN 4	ZACZYN 5	ZACZYN 6	ZACZYN 7	ZACZYN 8	ZACZYN 9
Gęstość [kg/m ³]		1270	1270	1270	1300	1300	1300	1390	1390	1390
	po 2 dniach hydratacji	5,7	7,8	9,6	5,9	10,3	10,6	8,1	12,3	12,9
Wartość wytrzymałości	po 7 dniach hydratacji	7,3	10,3	11,8	8,5	12,8	13,7	10,4	19,3	16,2
na ściskanie [MPa]	po 14 dniach hydratacji	7,8	11,4	13,5	9,8	13,8	15,4	12,2	23,9	19,8
	po 28 dniach hydratacji	8,8	12,3	14,3	10,5	14,8	16,3	12,8	24,5	20,5
	po 2 dniach hydratacji	1,7	1,8	2,3	1,7	2,4	2,7	2,5	3,9	4,2
Wartość przyczepności	po 7 dniach hydratacji	2,3	2,7	2,7	2,5	3,5	3,7	2,7	4,7	4,5
do rur stalowych [MPa]	po 14 dniach hydratacji	2,5	2,8	3,5	2,8	3,8	4,0	4,1	7,7	5,2
	po 28 dniach hydratacji	2,7	3,0	3,7	2,9	4,1	4,1	5,1	8,0	5,6
Czas gęstnienia	wartość 30 Bc	4:37	2:10	4:30	5:14	2:20	5:03	4:26	2:22	3:28
[godz.:min]	wartość 100 Bc	5:12	3:03	5:15	5:49	3:01	5:29	5:08	2:58	3:50

temperatury do 70°C powodował poprawę przyczepności tylko w przypadku próbki hydratyzującej 2 dni – uzyskano wówczas wartość 4,2 MPa. Natomiast po czasie hydratacji od 7 dni do 28 dni wartości uległy obniżeniu w porównaniu do próbek hydratyzujących w temperaturze 50°C. Takie zachowanie można również tłumaczyć destrukcyjnym działaniem ciśnienia oraz temperatury na obecną w zaczynie mikrosferę szklaną. Należy jednak zauważyć, że porównywalny trend spadkowy w przypadku badań przyczepności może świadczyć o udziale dodatku mikrosfer w budowaniu przyczepności próbki stwardniałego zaczynu do powierzchni styku (rury okładzinowej).

Przebieg zmian wartości przyczepności stwardniałego zaczynu do stali w zależności od temperatury hydratacji próbek przedstawiono na rysunku 5.



Rys. 4. Zestawienie zmian wartości wytrzymałości na ściskanie w zależności od temperatury

Fig. 4. Comparison of changes in compressive strength values depending on temperature



Rys. 5. Zestawienie zmian wartości przyczepności do rur stalowych w zależności od temperatury

Fig. 5. Summary of changes in the adhesion value to steel pipes depending on the temperature

Table 3. Adhe	sion value	es as a pero	centage of	strength v	alues							
Czas hydratacji		2 dni			7 dni			14 dni			28 dni	
Badany parametr	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Przyczepność do rur stalowych [MPa]	Przyczepność jako udział procentowy w wartości wytrzymałości [%]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Przyczepność do rur stałowych [MPa]	Przyczepność jako udział procentowy w wartości wytrzymałości [%]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Przyczepność do rur stałowych [MPa]	Przyczepność jako udział procentowy w wartości wytrzymałości [%]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Przyczepność do rur stałowych [MPa]	Przyczepność jako udział procentowy w wartości wytrzymałości [%6]
ZACZYN 1	5,7	1,7	29,82	7,3	2,3	31,51	7,8	2,5	32,05	8,8	2,7	30,68
ZACZYN 2	7,8	1,8	23,08	10,3	2,7	26,21	11,4	2,8	24,56	12,3	3,0	24,39
ZACZYN 3	9,6	2,3	23,96	11,8	2,7	22,88	13,5	3,5	25,93	14,3	3,7	25,87
ZACZYN 4	5,9	1,7	28,81	8,5	2,5	29,41	9,8	2,8	28,57	10,5	2,9	27,62
ZACZYN 5	10,3	2,4	23,30	12,8	3,5	27,34	13,8	3,8	27,54	14,8	4,1	27,70
ZACZYN 6	10,6	2,7	25,47	13,7	3,7	27,01	15,4	4,0	25,97	16,3	4,1	25,15
ZACZYN 7	8,1	2,5	30,86	10,4	2,7	25,96	12,2	4,1	33,61	12,8	5,1	39,84
ZACZYN 8	12,3	3,9	31,71	19,3	4,7	24,35	23,9	7,7	32,22	24,5	8,0	32,65
ZACZYN 9	12,9	4,2	32,56	16,2	4,5	27,78	19,8	5,2	26,26	20,5	5,6	27,32
Wartość			27,73			26,94			28,52			29,03
średnia						28,	05					

Tabela 3. Wartości przyczepności jako udział procentowy w wartości wytrzymałości

Jak już wspomniano, w warunkach zarówno laboratoryjnych, jak również podczas testów prowadzonych na potrzeby wykonania zabiegu cementowania prowadzi się pomiar wytrzymałości na ściskanie i bardzo często pomijane są badania przyczepności do stali. W związku z tym na podstawie powyższych wyników badań parametrów dla 9 receptur zaczynów lekkich obliczono dla każdego zaczynu, jaki udział procentowy wartości wytrzymałości na ściskanie stanowi wartość przyczepności do rur stalowych. Wyniki badań zestawiono w tabeli 3. Obliczenia wykonano dla każdego zaczynu, następnie obliczono wartość średnią z wyników przypisanych do danego czasu hydratacji. Według danych zamieszczonych w tabeli 3 – po 2 dniach hydratacji przyczepność płaszcza cementowego powstałego z zaczynu lekkiego do rur okładzinowych stanowiła średnio 27,7% wartości wytrzymałości na ściskanie. Po 7 dniach uzyskano wartość średnią 26,94%, następnie średni udział wartości przyczepności wynosił 28,52% wartości wytrzymałości próbki po 14 dniach hydratacji, a po 28 dniach wartość średniego udziału była równa 29,03%. Uogólniając zestawione przeliczenia, można przyjąć, że średnio dla zaczynów lekkich przyczepność stanowi 28% otrzymanego wyniku wytrzymałości na ściskanie próbki stwardniałego zaczynu cementowego.

Korelacja wyników badań

Analizie porównawczej poddano zmianę przyczepności do rur stalowych w zależności od zmiany wytrzymałości na ściskanie dla wybranych zaczynów w zmieniającej się temperaturze hydratacji - pierwsza grupa analizy (tab. 4). Dodatkowo przeprowadzona została analiza korelacyjna zmiany przyczepności w zależności od zmiany wytrzymałości dla różnych zaczynów przy stałej temperaturze hydratacji – druga grupa analizy (tab. 5). Analizowano wyniki otrzymane dla tych samych zaczynów, a analizy przeprowadzono odrębnie dla każdego czasu hydratacji próbki, czyli po 2, 7, 14 oraz 28 dniach. Wyboru takiego dokonano w celu określenia wzajemnych relacji wartości wytrzymałości na ściskanie i wartości przyczepności stwardniałego zaczynu do rur stalowych, co jest bardzo istotne z punktu widzenia znajomości właściwości nośnych zaczynu dla kolumny rur okładzinowych oraz poprawy uszczelnienia otworu. Podczas analizy powyższych wyników dokonano podstawowej korelacji przy użyciu współczynnika Pearsona, wykorzystywanego podczas badania związków prostoliniowych zmienności, w których zmiana jednych wartości skutkuje proporcjonalną zmianą średnich wartości drugiej cechy. Współczynnik korelacji Pearsona obliczono według wzoru (4).

$$r_{x,y} = \frac{\operatorname{cov}(x,y)}{Sd_x \cdot Sd_y} \tag{4}$$

gdzie:

 Sd_x , Sd_y – estymator największej wiarygodności, n – liczba prób.

Interpretacja siły związków korelacyjnych

Współczynnika korelacji Pearsona:

- poniżej 0,2 korelacja słaba (praktycznie brak związku);
- 0,2–0,4 korelacja niska (zależność wyraźna);
- 0,4–0,6 korelacja umiarkowana (zależność istotna);
- 0,6–0,8 korelacja wysoka (zależność znaczna);
- 0,8–0,9 korelacja bardzo wysoka (zależność bardzo duża);
- 0,9–1,0 korelacja całkowita (zależność praktycznie pełna).

Na początku obliczono kowariancję (5), która informuje o liniowej zależności między zmiennymi losowymi *x* i *y*. Następnie obliczono estymator największej wiarygodności Sd_x , Sd_y (6), (7), dający najmniejsze wartości odchyleń.

$$\operatorname{cov}(x, y) = \frac{\sum (x_i - \overline{x})(y_i - \overline{y})}{n}$$
(5)

$$Sd_{x} = \sqrt{\frac{\sum (x_{i} - \overline{x})^{2}}{n}}$$
(6)

$$Sd_{y} = \sqrt{\frac{\sum (y_{i} - \overline{y})^{2}}{n}}$$
(7)

gdzie:

- x uzyskane wartości wytrzymałości na ściskanie kolejnych próbek stwardniałych zaczynów cementowych,
- x uzyskane wartości wytrzymałości na ściskanie kolejnych próbek stwardniałych zaczynów cementowych (wartość średnia),
- y analizowane wartości przyczepności stwardniałego zaczynu do rur stalowych dla kolejnych próbek,
- y analizowane wartości przyczepności stwardniałego zaczynu do rur stalowych dla kolejnych próbek (wartość średnia).

Ostatnim krokiem było obliczenie wskaźnika determinacji liniowej (8) informującego o procencie liniowej zależności pomiędzy zmienną zależną i niezależną.

$$WD = r_{xv}^{2} \cdot 100\%$$
 (8)

Uzyskane wyniki kwadratu współczynnika korelacji, wskaźnika determinacji liniowej oraz równania liniowej regresji analizowanych cech zestawiono w tabeli 3 (dla zaczynów o stałym składzie i różnych temperaturach pomiaru) oraz w tabeli 4 (dla zaczynów o stałej temperaturze pomiaru i różnych recepturach). **Tabela 4.** Wartości kwadratu współczynnika korelacji, wskaźnika determinacji liniowej oraz równania liniowej regresji analizowanych cech (stały skład zaczynu i różne temperatury – pierwsza grupa)

Table 4. Square values of the correlation coefficient, linear determination index and linear regression equation of the analyzed features (constant composition of the cement slurry and different temperatures – first group)

Rodzaj zaczynu	Rodzaj korelowanych parametrów	Równanie regresji	Wartość R ²	Wartość WD
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,1509x + 0,7713	$R^2 = 0,8398$	WD = 83,9%
Zaczyn z dodatkiem	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,0952x + 1,6333	$R^2 = 0,8929$	WD = 89,2%
(zaczyny Z1, Z2, Z3)	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,1655x + 1,1298	$R^2 = 0,8640$	WD = 86,4%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,171x + 1,1159	$R^2 = 0,8602$	WD = 86,0%
Uogólniona postać równania	a dla zaczynu z dodatkiem 40% mikrosfer	y = 0,2033x + 0,599	$R^2 = 0,8366$	WD = 83,6%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,1895x + 0,5742	$R^2 = 0,9437$	WD = 94,3%
Zaczyn z dodatkiem	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,2313x + 0,5344	$R^2 = 1,0$	WD = 100,0%
(zaczyny Z4, Z5, Z6)	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,2212x + 0,6583	$R^2 = 0,9845$	WD = 98,4%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,2229x + 0,6095	$R^2 = 0,9379$	WD = 93,7%
Uogólniona postać 10%	równania dla zaczynu z dodatkiem perlitu filtracyjnego	y = 0,2479x + 0,2411	$R^2 = 0,9517$	WD = 95,1%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,3465x - 0,3127	$R^2 = 0,9974$	WD = 99,7%
Zaczyn z dodatkiem	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,2357x + 0,3609	$R^2 = 0,9343$	WD = 93,4%
(zaczyny Z7, Z8, Z9)	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,2872x + 0,3153	$R^2 = 0,8541$	WD = 85,4%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,2233x + 1,9311	$R^2 = 0,7337$	WD = 73,3%
Uogólniona postać 10% mik	równania dla zaczynu z dodatkiem rosfery szklanej typu GS	y = 0,2846x + 0,2758	$R^2 = 0,8418$	WD = 84,1%

Na podstawie przeprowadzonej korelacji i uzyskanych wartości kwadratu współczynnika korelacji dla pierwszej grupy analizowanych cech (tab. 4), w której analizie poddano przyczepność do rur stalowych i wytrzymałość na ściskanie dla konkretnych składów zaczynów badanych w różnych temperaturach, stwierdzono wysoką dodatnią korelację pomiędzy analizowanymi cechami. Potwierdza to, że wraz ze wzrostem wartości wytrzymałości na ściskanie wzrastają wartości przyczepności płaszcza cementowego do rur stalowych. Uzyskano wartości współczynnika R^2 w zakresie od 0,73 do 1,0. Przeprowadzono korelację dla każdego zaczynu z podziałem na poszczególne okresy hydratacji (2, 7, 14, 28 dni). Następnie wykonano korelację całościową dla wszystkich okresów hydratacji od 2 do 28 dni i wykreślono uogólnione równanie, które przyjęło postać:

• dla zaczynu z dodatkiem mikrosfery glinokrzemianowej: $Q_p = 0,2033 \cdot R_c + 0,599$ (9) dla zaczynu z dodatkiem perlitu filtracyjnego:

$$Q_p = 0,2479 \cdot R_c + 0,2411 \tag{10}$$

- dla zaczynu z dodatkiem mikrosfery szklanej:

$$Q_p = 0,2846 \cdot R_c + 0,2758$$
 (11)

gdzie:

R_c – wartość wytrzymałości na ściskanie [MPa],

 Q_p – uzyskana wartość przyczepności płaszcza cementowego z zaczynu lekkiego do rur stalowych [MPa].

Następnie przeprowadzano analizę korelacyjną dla drugiej grupy analizowanych cech (tab. 5), w której badano zależność przyczepności płaszcza cementowego od uzyskanych wartości wytrzymałości w danej temperaturze, pomijając tym razem różnice w składach zaczynów. Również w tym przypadku otrzymano wysokie wartości współczynnika *R*², które mieściły się w zakresie od 0,83 do 0,99. Powyższe potwierdziło także wysoką zależność analizowanych cech. W tej grupie **Tabela 5.** Wartości kwadratu współczynnika korelacji, wskaźnika determinacji liniowej oraz równania liniowej regresji analizowanych cech (stała temperatura i <u>różne receptury zaczynów</u> – <u>druga grupa</u>)

Table 5. Square values of the correlation coefficient, the linear determination index and the linear regression equation of the analyzed features (constant temperature and different cement slurries – second group)

Dla temperatury	Rodzaj korelowanych parametrów	Równanie regresji	Wartość R ²	Wartość WD
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,3459x - 0,3045	Wartość R^2 $R^2 = 0,9944$ $R^2 = 0,9833$ $R^2 = 0,9833$ $R^2 = 0,9833$ $R^2 = 0,9161$ $R^2 = 0,8745$ $R^2 = 0,8455$ $R^2 = 0,9089$ $R^2 = 0,9998$ $R^2 = 0,9999$ $R^2 = 0,9999$ $R^2 = 0,9999$ $R^2 = 0,9995$ $R^2 = 0,9291$ $R^2 = 0,9097$ $R^2 = 0,8348$	WD = 99,4%
30°C	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,1269x + 0,1,392	$R^2 = 0,9833$	WD = 98,3%
(zaczyny Z1, Z4, Z7)	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,3695x - 0,5371	$R^2 = 0,9161$	WD = 91,6%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,6203x - 3,0711	$R^2 = 0,8745$	WD = 87,4%
Uogólniona postać równan	ia dla zaczynów do temperatury 30°C	y = 0,3895x - 0,707	$R^2 = 0,8455$	WD = 84,5%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,4574x - 1,9348	$R^2 = 0,9089$	WD = 90,8%
50°C	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,2147x + 0,5993	$R^2 = 0,9816$	WD = 98,6%
(zaczyny Z2, Z5, Z8)	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,3903x - 1,6208	$R^2 = 0,9998$	WD = 99,9%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,4077x - 1,9784	$-1,6208$ $R^2 = 0,9998$ $WD = 99$ $-1,9784$ $R^2 = 0,9998$ $WD = 99$ $-1,1296$ $R^2 = 0,9541$ $WD = 99$ $-3,4326$ $R^2 = 0,9902$ $WD = 99$ $-1,9895$ $R^2 = 0,9798$ $WD = 99$	WD = 99,8%
Uogólniona postać równan	ia dla zaczynów do temperatury 50°C	y = 0,3571x - 1,1296	$R^2 = 0,9541$	WD = 95,4%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,5891x - 3,4326	$R^2 = 0,9902$	WD = 99,0%
70°C	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,4045x - 1,9895	$R^2 = 0,9798$	WD = 97,9%
70°Cdo rur sta(zaczyny Z3, Z6, Z9)wytrzymado rur sta	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,2703x - 0,1553	$R^2 = 0,99999$	WD = 99,9%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,3142x - 0,886	$R^2 = 0,9855$	WD = 98,5%
Uogólniona postać równan	ia dla zaczynów do temperatury 70°C	y = 0,2831x - 0,2694	Wartość R^2 $R^2 = 0,9944$ $R^2 = 0,9833$ $R^2 = 0,9833$ $R^2 = 0,9161$ $R^2 = 0,9165$ $R^2 = 0,8745$ $R^2 = 0,9089$ $R^2 = 0,9089$ $R^2 = 0,9998$ $R^2 = 0,9999$ $R^2 = 0,9999$ $R^2 = 0,9999$ $R^2 = 0,9995$ $R^2 = 0,9291$ $R^2 = 0,9097$ $R^2 = 0,8348$	WD = 90,9%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 2 dniach hydratacji)	y = 0,3233x - 0,4108	$R^2 = 0,8310$	WD = 83,1%
Pełny zakres temperatur	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 7 dniach hydratacji)	y = 0,2269x + 0,4744	$R^2 = 0,9291$	WD = 92,9%
(zaczyny Z1 do Z9)	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 14 dniach hydratacji)	y = 0,3059x - 0,2927	$R^2 = 0,9097$	WD = 90,9%
	wytrzymałość na ściskanie – przyczepność do rur stalowych (po 28 dniach hydratacji)	y = 0,3125x - 0,3251	$R^2 = 0,8348$	WD = 83,4%

analizowanych parametrów przeprowadzono analizę korelacyjną zależności przyczepności do rur stalowych od uzyskanych wartości wytrzymałości na ściskanie po poszczególnych okresach hydratacji (2, 7, 14, 28 dni), a następnie wykonano korelację całościową dla wszystkich zaczynów lekkich należących do danej temperatury i wykreślono uogólnione równanie, które przyjęło postać:

- dla zaczynów lekkich hydratyzujących w temperaturze 30°C: $Q_p = 0.3895 \cdot R_c - 0.707$ (12)
- dla zaczynów lekkich hydratyzujących w temperaturze 50°C: $Q_p = 0.3571 \cdot R_c - 1.1296$ (13)
- dla zaczynów lekkich hydratyzujących w temperaturze 70°C: $Q_p = 0,2831 \cdot R_c - 0,2694 \tag{14}$

gdzie:

- R_c wartość wytrzymałości na ściskanie [MPa],
- Q_p uzyskana wartość przyczepności płaszcza cementowego z zaczynu lekkiego do rur stalowych [MPa].

Podsumowanie

Przeprowadzona analiza korelacyjna wybranych cech może być bardzo pomocna podczas określania wartości przyczepności płaszcza cementowego do rur stalowych w przypadku, gdy nie było możliwości wykonania takiego pomiaru. Należy jednak pamiętać, że uzyskiwane wartości są danymi empirycznymi, które nie uwzględniają np. stanu czystości powierzchni rur okładzinowych. Na podstawie przeprowadzonej analizy porównywanych parametrów stwierdzono, że dla zaczynów o obniżonej gęstości:

- wartość wytrzymałości na ściskanie i przyczepności stwardniałego zaczynu do rur stalowych wzrasta wraz ze zwiększaniem gęstości zaczynu;
- wartość wytrzymałości na ściskanie i przyczepności stwardniałego zaczynu do rur stalowych wybranych próbek wzrasta wraz ze zwiększaniem temperatury i ciśnienia hydratacji lekkiego zaczynu cementowego;
- najmocniejszy wzrost wartości wytrzymałości na ściskanie próbek z dodatkiem mikrosfery glinokrzemianowej oraz z dodatkiem perlitu filtracyjnego obserwowano podczas wzrostu temperatury z 30°C do 50°C, kolejna zmiana temperatury do wartości 70°C skutkowała mniej wyraźnym przyrostem wytrzymałości na ściskanie;
- odstępstwo od trendu wzrostu wytrzymałości na ściskanie wraz ze wzrostem temperatury hydratacji wykazały próbki zawierające mikrosfery szklane o wytrzymałości na ściskanie równej 20 MPa;
- stwardniały zaczyn z dodatkiem mikrosfer szklanych charakteryzował się najwyższymi wartościami analizowanych parametrów mechanicznych w zakresie temperatur od 30°C do 50°C;
- wytrzymałość na ściskanie próbek stwardniałego zaczynu zawierającego mikrosfery szklane GS o wytrzymałości 20 MPa ulegała obniżeniu podczas hydratacji w ciśnieniu 17 MPa i temperaturze 70°C, co może świadczyć o destrukcyjnym działaniu współistniejących warunków temperatury i ciśnienia;
- wartość przyczepności płaszcza cementowego do stali jest ściśle powiązana z uzyskiwanymi wartościami wytrzymałości mechanicznej stwardniałego zaczynu cementowego;
- na podstawie wstępnych przeliczeń (tab. 3) stwierdzono, że wartość przyczepności płaszcza cementowego powstałego z zaczynu lekkiego do stali stanowi średnio 28% uzyskanej wartości wytrzymałości na ściskanie próbki stwardniałego zaczynu;
- przeprowadzona analiza korelacyjna potwierdza bardzo mocną zależność analizowanych cech, gdyż wraz ze zwiększaniem wartości wytrzymałości na ściskanie wzrasta przyczepność płaszcza cementowego do rur stalowych;

 uzyskane równania regresyjne mogą być bardzo pomocne w określaniu wartości przyczepności na podstawie otrzymanej podczas badań wartości wytrzymałości mechanicznej stwardniałego zaczynu cementowego.

Przyczepność na kontakcie stwardniały zaczyn cementowy-rura okładzinowa jest istotnym parametrem, którego znajomość przyczynia się do oceny właściwości nośnych zaczynu cementowego wobec kolumny rur okładzinowych oraz jakości uszczelnienia kolumny rur, dlatego też najlepszą metodą określenia tej wartości jest przeprowadzenie specjalistycznych badań laboratoryjnych.

Artykuł powstał na podstawie pracy badawczej pt.: *Analiza możliwości doszczelnienia mikrostruktury płaszcza cementowego za pomocą nowych domieszek drobnoziarnistych* – praca INiG – PIB na zlecenie MNiSW; nr zlecenia: 0044/KW/2019, nr archiwalny: DK-4100-0034/2019.

Literatura

- Barron A.R., 2010. Hydratation of Portland Cement. http://cnx.org/content/m16447/latest/ (dostęp: 26.11.2017).
- Bayu S., Muhammed T.F., Roby T., 2010. Effect of lignosulfonate and temperature on compressive strength of cement. [W:] *Proceedings* of World Geothermal Congress, Bali, Indonesia: 1–3.
- Bensted J., 2004. Cementy wiertnicze. Cz. 2. Stosowanie cementów wiertniczych do cementowania odwiertów. *Cement Wapno Beton*, 2: 61–72.
- Cement właściwości i zastosowanie. Grupa Górażdże. <http:// www.heidelbergcement.com/NR/rdonlyres/B73800BE-2D4A-4F6A-878F-D6E7933D2B78/0/si%C4%85%C5%BCeczkaG-G2011Rozdzial05.pdf> (dostęp: 24.09.2018).
- Falode O.A., Salam K.K., Arinkoola A.O., Ajagbe B.M., 2013. Prediction of compressive strength of oil field class G cement slurry using factorial design. *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*, 3(4): 297–302.
- Fawzi R.H., 2012. Thickening Time and Compressive Strength Correlations for Bentonitic-Class "G" Cement Slurries. *Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering*, 13(2): 37–45.
- Herianto A., Fathaddin M.T., 2005. Effects of additives and conditioning time on comprehensive and shear bond strengths of geothermal well cement. [W:] *Proceedings of World Geothermal Congress, Antalya, Turkey*: 1–7.
- Joel O.F., Ademiluyi F.T., 2011. Modelling of Compressive Strength of Cement Slurry at different Slurry Weights and Temperatures. *Research Journal of Chemical Sciences*, 1(2): 128–134.
- Kremieniewski M., 2017. Wpływ perlitu pylistego na własności technologiczne zaczynu cementowego. *Nafta-Gaz*, 12: 943–952. DOI: 10.18668/NG.2017.12.05.
- Kremieniewski M., 2018a. Poprawa wczesnej wytrzymałości mechanicznej płaszcza cementowego powstałego z zaczynu lekkiego. *Nafta-Gaz*, 8: 599–605. DOI: 10.18668/NG.2018.08.06.
- Kremieniewski M., 2018b. Wpływ środków regulujących czas wiązania na parametry reologiczne zaczynu cementowego. *Nafta-Gaz*, 11: 828–838. DOI: 10.18668/NG.2018.11.07.
- Kremieniewski M., 2019. O konieczności prowadzenia serwisowych badań parametrów technologicznych zaczynów uszczelniających. *Nafta-Gaz*, 1: 48–55. DOI:0.18668/NG.2019.01.07.
- Kremieniewski M., Rzepka M., 2016a. Korelacja parametrów

NAFTA-GAZ

charakteryzujących strukturę porową kamieni cementowych badanych za pomocą porozymetrii rtęciowej oraz mikrotomografii komputerowej. *Nafta-Gaz*, 12: 1076–1083. DOI: 10.18668/ NG.2016.12.10.

- Kremieniewski M., Rzepka M., 2016b. Przyczyny i skutki przepływu gazu w zacementowanej przestrzeni pierścieniowej otworu wiertniczego oraz metody zapobiegania temu zjawisku. *Nafta-Gaz*, 9: 722–728. DOI: 10.18668/NG.2016.09.06.
- Kremieniewski M., Rzepka M., 2018. Poprawa szczelności płaszcza cementowego za pomocą innowacyjnych dodatków antymigracyjnych. *Nafta-Gaz*, 6: 8–15. DOI: 10.18668/NG.2018.06.06.
- Kremieniewski M., Rzepka M., Stryczek S., Wiśniowski R., Kotwica Ł., Złotkowski A., 2015. Korelacja przepuszczalności i parametrów opisujących strukturę stwardniałych zaczynów cementowych stosowanych do uszczelniania otworów w rejonie Basenu Pomorskiego. *Nafta-Gaz*, 10: 737–746. DOI: 10.18668/ NG2015.10.04.
- Kudowski W., 2010. Chemia cementu i betonu. *Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa*: 1–700.
- Labibzadeh M., Zahabizadeh B., Khajazfuly A., 2010. Early-age compressive strength assessment of oil well class G cement due to bore pressure and temperature changes. *Journal of American Science*, 6(7): 38–46.
- Nelson E.B. (ed.), 1990. Well Cementing. Schlumberger Educational Service, Houston, Texas, USA.
- Raczkowski J., Stryczek S., Fugiel K., Kraj Ł., Wilk S., 1978. Zaczyny do uszczelniania w otworach wiertniczych. *Skrypty uczelniane Akademii Górniczo-Hutniczej*: 1–311.

- Rageh S.M., Nezami M.Z., Dhanalakshmi K., Basha S.L.A., 2017. Compressive Strength and Thickening Time of Cement in Oil Well. *International Journal of Engineering Science Invention*, 6(12): 01–04.
- Rzepka M., Kremieniewski M., Dębińska E., 2012. Zaczyny cementowe przeznaczone do uszczelniania eksploatacyjnych kolumn rur okładzinowych na Niżu Polskim. *Nafta-Gaz*, 8: 512–522.
- Rzepka M., Stryczek S., 2008. Laboratoryjne metody określania parametrów technologicznych świeżych zaczynów uszczelniających przed zabiegiem związanym z procesem uszczelniania kolumn rur okładzinowych w otworach wiertniczych. *Wiertnictwo, Nafta, Gaz*, 25(2): 625–636.
- Stryczek S. (red.), Wiśniowski R., Uliasz-Misiak B., Złotkowski A., Kotwica Ł., Rzepka M., Kremieniewski M., 2016. Studia nad doborem zaczynów uszczelniających w warunkach wierceń w basenie pomorskim. *Wydawnictwa AGH, Kraków*.



Dr inż. Marcin KREMIENIEWSKI Adiunkt w Zakładzie Technologii Wiercenia Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25 A 31-503 Kraków E-mail: marcin.kremieniewski@inig.pl

OFERTA BADAWCZA ZAKŁADU PODZIEMNEGO MAGAZYNOWANIA GAZU

- analiza struktur geologicznych złóż gazu ziemnego, ropy naftowej oraz obiektów zawodnionych, pod kątem możliwości ich przekształcenia w PMG;
- szczegółowa analiza warunków geologiczno-złożowych, ocena dotychczasowej eksploatacji złoża, warunków hydrodynamicznych, zdolności wydobywczych odwiertów;
- ocena stanu technicznego istniejącej infrastruktury w aspekcie jej wykorzystania w pracy PMG;
- wykonywanie cyfrowych modeli geologicznych PMG, złóż gazu ziemnego i ropy naftowej;
- wykonywanie projektów budowy PMG;
- analiza dotychczasowej pracy istniejących PMG w celu optymalizacji parametrów dalszej eksploatacji magazynów na bazie symulacji komputerowej;
- opracowanie projektów prac geologicznych, dotyczących poszukiwania i rozpoznawania złóż gazu ziemnego i ropy naftowej;
- opracowanie dokumentacji geologicznych złóż ropy naftowej i gazu ziemnego;
- opracowanie programu optymalnej eksploatacji złoża, wydajności poszczególnych odwiertów, tempa sczerpywania itp.





