

Marcin Kremieniewski, Marcin Rzepka

Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy

Stanisław Stryczek, Rafał Wiśniowski, Łukasz Kotwica, Albert Złotkowski

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica

Korelacja przepuszczalności i parametrów opisujących strukturę stwardniałych zaczynów cementowych stosowanych do uszczelniania otworów w rejonie Basenu Pomorskiego

W artykule omówiono wyniki badań laboratoryjnych przeprowadzonych dla receptur projektowanych w celu obniżenia przepuszczalności stwardniałego zaczynu cementowego. Próbki kamieni cementowych hydratyzowały przez okres od 2 do 28 dni w warunkach otworopodobnych. Dla próbek hydratyzujących 28 dni wykonano badania opisujące ich kluczowe parametry technologiczne oraz mikrostrukturę stwardniałych zaczynów cementowych. Przeprowadzono analizę korelacyjną przepuszczalności dla gazu, porowatości i parametrów opisujących mikrostrukturę stwardniałych zaczynów cementowych. Przedstawiono zależności najbardziej wpływające na obniżenie przepuszczalności i – tym samym – na zwiększenie szczelności tworzącego się płaszczu cementowego.

Słowa kluczowe: przepuszczalność, porowatość, stwardniały zaczyn cementowy, mikrostruktura, krzywa regresji, średnica progowa, ciśnienie progowe, porowatość, efekt brzegowy, powierzchnia właściwa.

Correlation of permeability and parameters describing the structure of hardened cement slurries used to seal boreholes in the area of the Pomeranian Basin

The article discusses the results of laboratory tests for recipes designed to reduce the permeability of hardened cement slurry. Samples of hardened cement slurries were cured from two to 28 days of hydration in borehole similar conditions. For samples cured for 28 days there were tests performed describing their crucial technological parameters and microstructure. The correlation analysis for gas permeability, porosity, and parameters describing the microstructure of the hardened cement slurries was performed. Most important factors influencing the reduction of permeability and thus improvement of tightness of cement sheath were analyzed and presented.

Key words: permeability, porosity, hardened cement slurry, microstructure, threshold diameter, threshold pressure, surface area.

Wprowadzenie

Wyeliminowanie możliwości tworzenia się mikronieszczelności w strukturze płaszczu cementowego jest jednym z ważniejszych aspektów podczas projektowania zaczynu przeznaczonego do uszczelniania przestrzeni pierścieniowej. Badania przepuszczalności stwardniałego zaczynu cementowego za pomocą przepuszczalnościomierza gazowego,

a następnie korelacja wyników z parametrami uzyskanymi podczas badań za pomocą porozymetru Auto Pore, umożliwiają opisanie mikrostruktury tworzącego się stwardniałego zaczynu cementowego.

Powyższe działania umożliwiają modyfikację receptur, w wyniku których zaczyn cementowy po związaniu będzie

się charakteryzował skompaktowaną mikrostrukturą, posiadającą niską porowatość i przepuszczalność. W wyniku tego możliwe jest wyeliminowanie niepożądanego zjawiska migracji gazu przez strukturę płaszcza cementowego.

W Laboratorium Zaczynów Uszczelniających Zakładu

Technologii Wiercenia INiG – PIB Oddział Krosno prowadzone są badania oraz modyfikacja zaczynów uszczelniających, a ostatnimi laty, przy współpracy z AGH Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu i Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, dodatkowo badana jest struktura płaszcza cementowego.

Przepuszczalność kamienia cementowego

Stwardniały zaczyn, podobnie jak większość ciał stałych, charakteryzuje się występowaniem wolnych przestrzeni (porów) w swojej budowie. Przestrzenie te połączone są ze sobą, tworząc rozległą nieregularną siatkę. Podczas rozpatrywania zagadnienia przepuszczalności ośrodka porowatego należy zwrócić głównie uwagę na pory komunikatywne, które umożliwiają ruch płynu w przestrzeni pierścieniowej. Podczas tworzenia się stwardniałego zaczynu cementowego jego przepuszczalność jest bardzo niska, na poziomie setnych części mD. Struktura wewnętrzna siatki zaczynu cementowego jest nasycona wodą i siły wiązania kapilarnego uniemożliwiają przepływ gazu. Natomiast w trakcie hydratacji twardniejące zaczyny cementowe powstałe z receptur niepoddanych wcześniejszej modyfikacji, a także zaczyny o małej gęstości i dużym współczynniku wodno-cementowym wykazują coraz wyższą przepuszczalność (0,5 do 5,0 mD) [8, 10, 12]. W związku z tym gaz penetrujący

wewnątrz siatki stwardniałego zaczynu cementowego może spowodować narastanie ciśnienia w zagłowieczeni przestrzeni pierścieniowej otworu (odbudowanie ciśnienia na przestrzeni pierścieniowej). Tego rodzaju ekshalacje gazu mogą trwać przez wiele tygodni, a nawet miesięcy.

Interpretując zagadnienia przepuszczalności stwardniałego zaczynu cementowego, należy zwracać uwagę na porowatość danego ośrodka. Niska wartość przepuszczalności stwardniałego zaczynu cementowego dla cieczy i gazów oraz mała porowatość to najważniejsze właściwości umożliwiające zastosowanie zaczynu jako dobrego materiału uszczelniającego w otworach wiertniczych [5, 8]. Jednakże określenie porowatości stwardniałego zaczynu cementowego sprawia wiele trudności, wynikających np. z niestabilności jego struktury uzależnionej od temperatury, ciśnienia i wilgotności otaczającego środowiska oraz czasu hydratacji [1, 2, 5, 8, 13].

Porowatość stwardniałych zaczynów cementowych

Stwardniały zaczyn cementowy, podobnie jak większość ciał stałych, charakteryzuje się zawartością w swojej strukturze przestrzeni o różnych wymiarach i kształtach.

Porowatość danego ośrodka nie przedstawia informacji o kształcie występujących przestrzeni, a także nie mówi o ich układzie, określając jedynie udział przestrzeni porowej w objętości badanej próbki. Badanie stwardniałego zaczynu cementowego za pomocą porozymetru rtęciowego umożliwia, oprócz określenia porowatości, opisanie wielu dodatkowych parametrów, m.in. średnicy progowej, ciśnienia wejścia, gęstości szkieletu próbki, krętości kanałów

porowych. Dzięki ich wnikliwej analizie można otrzymać ważne informacje, które umożliwiają kompleksowe opisanie mikrostruktury kamienia cementowego. Wyniki badań poszczególnych parametrów dają nam tylko cząstkowe, niewiele mówiące, informacje [4, 6, 13, 14]. Jednak ich wzajemna korelacja, a następnie interpretacja uzyskanych wyników umożliwiają takie przeprowadzenie modyfikacji receptur, które skutkuje otrzymaniem płaszcza cementowego o zarówno niskiej wartości przepuszczalności, jak i niskooporowej maksymalnie skompaktowanej strukturze [3, 11].

Badania porozymetryczne i interpretacja wartości średnicy progowej

Określenie przepuszczalności kamienia cementowego jest możliwe podczas badania porowatości danej próbki za pomocą porozymetru rtęciowego, a następnie interpretacji krzywych kumulacyjnych ciśnienia kapilarnego. Kształt tych krzywych jest powtarzalny dla badanych próbek i w związku z tym istnieje wiele elementów, które są bardzo podobne. Jednym z takich elementów jest punkt określany mianem ciśnienia wejścia (rysunek 1), promieniem wejścia lub średnicą

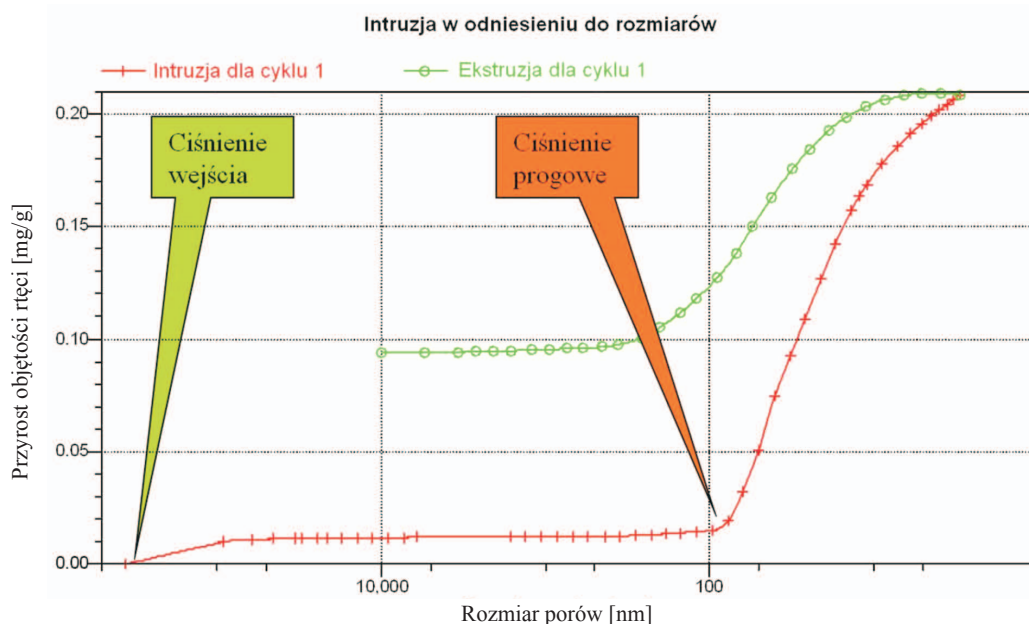
wejścia (*entry radius*, *entry pressure*) [8, 15]. Oznaczenie go podczas interpretacji krzywej narastania umożliwia wyznaczenie rozmiaru największych porów w badanej próbce [7, 8, 15]. Od tego punktu wartość nasycenia wzrasta z wpływem wtłaczania rtęci do makroporów. Zarówno źródła literaturowe [8, 15], jak i prowadzone badania i analiza wartości krzywych nasycenia umożliwiają przyjęcie tego punktu nasycenia jako ciśnienia przesunięcia (*displacement pressure*).

Według dostępnych danych [15, 17] przyjęto punkt ciśnienia przesunięcia na poziomie 10%, jednak ze względu na to, iż wpływa on na porowatość próbki, zaleca się ostrożność podczas stosowania tej wielkości w obliczeniach korelacyjnych.

Kolejnym punktem charakterystycznym jest punkt przebiecia krzywej kumulacyjnej [15]. Jest to punkt, w którym już przy niewielkim wzroście ciśnienia wzrasta gwałtownie nasycenie próbki rtęcią. Punkt ten określa się mianem średnicy progowej (rysunek 1) (*pore throat size*). Wartość ta odgrywa duże znaczenie przy interpretacji szczelności kamienia cementowego i umożliwia dokładne określenie jego przepuszczalności. Średnica progowa informuje, że przy tej wartości następuje ciągły przepływ medium przez próbkę, innymi słowy: pory o takiej średnicy zapewniają komunikację w badanej strukturze porowej [8, 15, 17]. Analizując próbki

kamieni cementowych, stwierdzono, że im mniejszy promień progowy (wyższa wartość ciśnienia progowego), tym niższa jest wartość przepuszczalności. Źródła literaturowe [15] podają, że jeżeli promień progowy charakteryzuje się wartością mniejszą niż 1 mikrometr, to w realnych warunkach (ograniczona wartość gradientów ciśnień) nie występuje przepływ przez próbkę. Krzywa nasycenia, po wcześniejszym gwałtownym wzroście, przyjmuje przebieg poziomy i zmierza w kierunku mikroporów asymptotycznie do wartości nasycenia maksymalnego [8, 9, 15, 18].

Korelacja powyższych danych jest bardzo pomocna przy wstępnej interpretacji wyników. W przypadku obecności porów większych od 1 mikrometra zwiększa się możliwość wystąpienia przepływu płynu przez strukturę stwardniałego zaczynu cementowego.



Rys. 1. Przykładowa krzywa kumulacyjna z zaznaczonym ciśnieniem wejścia i ciśnieniem progowym oraz odpowiadającymi im rozmiarami porów

Efekt brzegowy a powierzchnia właściwa

Przy interpretowaniu wyników badań porozymetrycznych próbek o niskiej porowatości można zauważyć, że duży wpływ ma na nie tzw. efekt brzegowy. Efekt ten spowodowany jest niejednorodnością podczas „oblewania” próbki rtęcią w komorze niskociśnieniowej [8, 15, 18]. Zewnętrzna powierzchnia próbki wypełniana jest rtęcią pod określonym ciśnieniem, które rośnie proporcjonalnie do wzrostu nierówności ścianek próbki. Efekt taki wprowadza jednak błąd pomiaru na poziomie dziesiątych części procenta i wpływa na wzrost parametru opisującego wartość średniej kapilary [8, 15]. W przypadku próbek o małej porowatości efekt ten może znacznie wpłynąć na wynik całościowy, dlatego też podczas interpretacji wyników

badania należy zwracać uwagę na powierzchnię właściwą próbki. Dzięki temu możliwe jest stwierdzenie, czy mamy do czynienia z próbką o niskiej porowatości, czy z próbką o porowatości praktycznie zerowej [15]. Dla próbek o zerowej powierzchni właściwej wartość porowatości jest wynikiem efektu brzegowego. W konsekwencji tego duża wartość wielkości kapilary opisuje wielkość nierówności na powierzchni próbki i miara ta nie informuje o rzeczywistej średnicy kapilar. Praktyczna porowatość takich próbek jest równa zero i należy wtedy pamiętać, że w przypadku próbek o powierzchni właściwej równej zero, pozostałe wielkości, niezależnie od wyliczonych wartości, wynoszą również zero [8, 15, 16].

Korelacja wyników badań

Uzyskane wyniki badań przepuszczalności kamieni cementowych zostały poddane analizie porównawczej poprzez zestawienie ich z parametrami opisującymi strukturę porową próbki.

Analiza korelacyjna przeprowadzona została poprzez wyliczenie współczynnika determinacji R^2 , który jest jedną z podstawowych miar jakości dopasowania modelu i jest on powiązany ze współczynnikiem zbieżności. Współczynnik determinacji R^2 informuje, jaka część zmienności została opisana przez model. Jest on miarą stopnia, w jakim model dopasowuje kształtowanie się zmiennej objaśnianej [8, 14]. Współczynnik determinacji przyjmuje wartości w zakresie [0; 1], wyraża się go wzorem (1), a dopasowanie modelu jest tym lepsze, im wartość R^2 jest bliższa 1.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (1)$$

Badania laboratoryjne

Badania laboratoryjne świeżych zaczynów uszczelniających przeprowadzono w Laboratorium Zaczynów Uszczelniających Zakładu Technologii Wiercenia INiG – PIB Oddział Krosno, zgodnie z normami: 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*. Badanie przepuszczalności wykonano przy użyciu przepuszczalnościomierza gazowego (fotografia 1), zgodnie z normą EN ISO 10426-2 rozdział 11. Natomiast badania mikrostruktury porowej stwardniałych zaczynów cementowych przeprowadzono przy pomocy porozymetru rtęciowego Auto Pore IV 9500 (Micrometrics, USA) (fotografia 2).

Badaniom poddane zostały stwardniałe zaczyny cementowe powstałe z receptur sporządzonych na bazie cementu wiertniczego G. Wodą zarobową była woda wodociągowa. Zaczyn B1 zawierał 10% dodatku siliki, 10% lateksu oraz 10% NaCl. Zaczyn L2H również posiadał 10-procentową ilość dodatku NaCl oraz 4% dodatku przeciwdziałającego migracji gazu GasSeal. W tej recepturze nie zastosowano siliki. Pozostałe zaczyny posiadały porównywalne składy i nie zawierały NaCl, lateksu, GasSeal-u oraz siliki. Składy zaczynów zestawiono w tabelicy 1. Były to receptury umożliwiające stosowanie ich do uszczelniania kolumn rur w formacjach łupkowych w warunkach otworowych o temperaturze od 80°C do 90°C i ciśnieniach od 35 MPa do 55 MPa.

gdzie:

y_t – rzeczywista wartość zmiennej Y w momencie t ,

\hat{y}_t – wartość teoretyczna zmiennej objaśnianej (na podstawie modelu),

\bar{y} – średnia arytmetyczna empirycznych wartości zmiennej objaśnianej.

Przyjmuje się:

0,0÷0,5 – dopasowanie niezadowalające,

0,5÷0,6 – dopasowanie słabe,

0,6÷0,8 – dopasowanie zadowalające,

0,8÷0,9 – dopasowanie dobre,

0,9÷1,0 – dopasowanie bardzo dobre.



Fot. 1. Przepuszczalnościomierz gazowy OFITE



Fot. 2. Porozymetr Auto Pore IV 9500

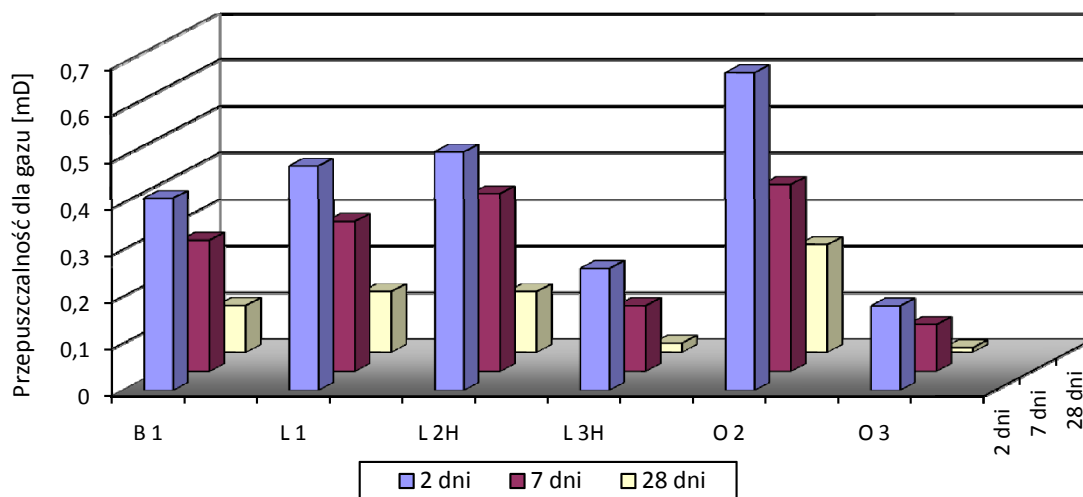
Tablica 1. Składy zaczynów wytypowanych do badań

Skład zaczynu z otworu	B 1	L 1	L 2H	L 3H	O 2	O 3
Woda wodociągowa	w/c = 0,44	w/c = 0,5	w/c = 0,45	w/c = 0,52	w/c = 0,47	w/c = 0,45
NaCl (bwow)	10,0%	–	10,0%	–	–	–
Dodatek odpieniający	0,5%	0,5%	0,3%	0,5%	0,3%	0,5%
Dodatek upłynniający	0,3%	0,3%	0,3%	0,3%	0,3%	0,2%
Dodatek antyfiltracyjny	0,2%	0,7%	0,25%	0,6%	0,5%	0,6%
Lateks/*GasSeal	10,0%	–	*4,0%	–	–	–
Dodatek opóźniający czas gęstnienia	0,2%	0,2%	0,15%	0,15%	0,05%	0,2%
Silika	10,0%	–	–	–	–	–
Cement G HSR	100,0%	100,0%	100,0 %	100,0%	100,0%	100,0%

Oznaczenia: w/c – współczynnik wodno-cementowy, bwow – w stosunku do masy wody zarobowej. Pozostałe składniki dodawano w stosunku do masy cementu.

Tablica 2. Parametry wytypowanych zaczynów

Parametr	Skład	B 1	L 1	L 2H	L 3H	O 2	O 3
Gęstość [g/cm ³]		1,86	1,81	1,87	1,79	1,86	1,85
Rozlewność [mm]		260	275	270	250	255	260
Filtracja [cm ³ /30 min]		92	76	28	52	26	54
Lepkość plastyczna [mPa · s]		102	304	294	234	217	295
Granica płynięcia [Pa]		5	22	19	4	59	22
Czas gęstnienia [h:min]	30 Bc	6:19	6:10	6:02	6:16	4:16	6:09
	100 Bc	8:29	6:23	6:09	6:22	4:27	6:18



Rys. 2. Przepuszczalność kamieni cementowych

Kolejnym etapem badań było określenie za pomocą porozymetru rtęciowego parametrów umożliwiających opisanie mikrostruktury stwardniałych zaczynów cementowych (tablice 3a, 3b). Uzyskane wyniki zostały poddane analizie korelacyjnej (tablica 4).

Niepewność mierzonych wielkości fizycznych zawartych w tablicach 3a i 3b oszacowano według klasy dokładności urządzenia pomiarowego Auto Pore na poziomie 0,0001%; temperatura $\pm 0,1\%$.

Na podstawie analizy (tablica 4) otrzymanych wyników badań (tablice 3a, 3b) stwierdzono najlepsze dopasowanie przy korelacji przepuszczalności i ciśnienia progowego ($R^2 = 0,9572$) oraz przepuszczalności i średnicy progowej ($R^2 = 0,9312$). Stan taki jest tłumaczony faktem, iż wraz ze wzrostem ciśnienia progowego zmniejsza się średnica progowa, a tym samym – obniżeniu ulega przepuszczalność. Przedstawiona na rysunku 3 zależność wielomianowa potwierdza, że wraz z obniżaniem się ciśnienia progowego

Tablica 3a. Zestawienie parametrów opisujących mikrostrukturę stwardniałych zaczynów

Zaczyn z otworu	Warunki hydratacji		Przepuszczalność po 28 dniach hydratacji [mD]	Gęstość materiałowa [kg/m ³]	Porowatość z porozymetru [%]	Porowatość ogólna [m ³ /kg]	Gęstość szkielestowa [kg/m ³]	Gęstość z porozymetru [kg/m ³]	Średnia kapilarna [nm]
	temperatura/ ciśnienie	temperatura/ ciśnienie							
B 1	85°C 35 MPa	85°C 35 MPa	0,10	1860	34,7839	0,2444	2312	1501	36,1
L 1	90°C 42 MPa	90°C 42 MPa	0,12	1810	31,6451	0,2526	2314	1582	35,5
L 2H	85°C 55 MPa	85°C 55 MPa	0,13	1870	36,3482	0,2659	2350	1496	26,8
L 3H	80°C 49 MPa	80°C 49 MPa	0,02	1790	38,2334	0,2628	2282	1409	40,4
O 2	85°C 35 MPa	85°C 35 MPa	0,23	1865	36,1270	0,2413	2268	1448	39,1
O 3	80°C 42 MPa	80°C 42 MPa	0,01	1850	35,3628	0,2752	2312	1494	35,2

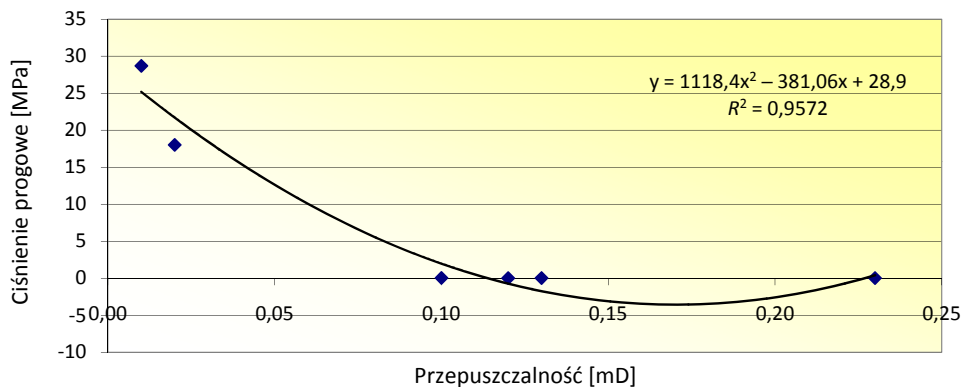
Tablica 3b. Zestawienie parametrów opisujących mikrostrukturę stwardniałych zaczynów

Zaczyn z otworu	Warunki hydratacji	Powierzchnia właściwa [m ² /g]	Ciśnienie progowe [MPa]	Średnica progowa [μm]	Udział porów większych od średnicy progowej [%]	Udział porów mniejszych od średnicy progowej [%]	Udział objętości poszczególnych porów o zakresie średnic (suma wszystkich przedziałów jest równa 100%)						Udział objętości poszczególnych porów o zakresie średnic zawarty w 1 cm ³ próbki (suma wszystkich przedziałów jest równa porowatości ogólnej)					
							[%]						[%]					
							> 1 μm	1 ÷ 0,1 μm	0,1 ÷ 0,05 μm	0,05 ÷ 0,01 μm	< 0,01 μm	> 1 μm	1 ÷ 0,1 μm	0,1 ÷ 0,05 μm	0,05 ÷ 0,01 μm	< 0,01 μm	> 1 μm	1 ÷ 0,1 μm
B 1	85°C 35 MPa	21,91	0,0499	24,1768	0,36	99,63	2,13	1,92	6,72	39,55	49,68	0,74	0,67	2,34	13,76	17,28		
L 1	90°C 42 MPa	21,50	0,0266	45,3323	0,10	99,90	1,44	0,78	3,56	41,26	52,96	0,46	0,25	1,13	13,06	16,76		
L 2H	85°C 55 MPa	35,31	0,0346	32,9530	0,12	99,88	0,85	0,67	1,29	39,41	57,79	0,31	0,24	0,47	14,32	21,00		
L 3H	80°C 49 MPa	25,45	18,0227	0,06242	2,53	97,47	0,68	0,68	6,46	41,12	51,06	0,26	0,26	2,47	15,72	19,52		
O 2	85°C 35 MPa	25,21	0,0338	32,9565	0,37	99,63	2,16	2,26	4,02	40,57	51,00	0,78	0,82	1,45	14,66	18,42		
O 3	80°C 42 MPa	26,40	28,6949	0,0402	4,96	95,04	1,15	0,64	3,17	41,45	53,59	0,41	0,23	1,12	14,66	18,95		

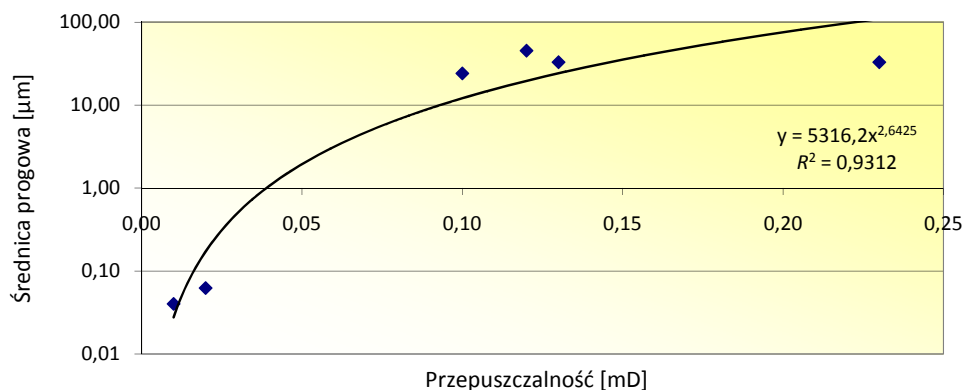
Tablica 4. Korelacje parametrów opisujących mikrostrukturę stwardniałych zaczynów cementowych

Rodzaj korelacji	Typ równania	Równanie krzywej regresji	Wartość R^2
Przepuszczalność – gęstość materiałowa	A	$y = 203,21x + 1820,2$	$R^2 = 0,2490$
	B	$y = -101,32x^2 + 226,38x + 1819,4$	$R^2 = 0,2493$
	C	$y = 1871,1x^{0,006}$	$R^2 = 0,1675$
	D	$y = 1820e^{0,1109x}$	$R^2 = 0,2482$
Przepuszczalność – porowatość z porozymetru	A	$y = -5,3738x + 35,963$	$R^2 = 0,0394$
	B	$y = 180,52x^2 - 46,65x + 37,31$	$R^2 = 0,2955$
	C	$y = 33,833x^{-0,0161}$	$R^2 = 0,0978$
	D	$y = 35,898e^{-0,1487x}$	$R^2 = 0,0363$
Przepuszczalność – porowatość ogólna	A	$y = -0,1213x + 0,2694$	$R^2 = 0,5535$
	B	$y = 0,2018x^2 - 0,1674x + 0,2709$	$R^2 = 0,5624$
	C	$y = 0,235x^{-0,0322}$	$R^2 = 0,5957$
	D	$y = 0,2694e^{-0,4728x}$	$R^2 = 0,5563$
Przepuszczalność – gęstość szkieletowa	A	$y = -63,743x + 2312,8$	$R^2 = 0,0325$
	B	$y = -3485,4x^2 + 733,2x + 2286,8$	$R^2 = 0,5910$
	C	$y = 2308,6x^{0,0004}$	$R^2 = 0,0014$
	D	$y = 2312,8e^{-0,0282x}$	$R^2 = 0,0338$
Przepuszczalność – gęstość z porozymetru	A	$y = 82,509x + 1479,9$	$R^2 = 0,0131$
	B	$y = -6253,9x^2 + 1512,5x + 1433,3$	$R^2 = 0,4473$
	C	$y = 1524,3x^{0,0089}$	$R^2 = 0,0793$
	D	$y = 1478,9e^{0,0566x}$	$R^2 = 0,0138$
Przepuszczalność – średnia kapilarna [nm]	A	$y = -4,8394x + 36,009$	$R^2 = 0,0068$
	B	$y = 456,81x^2 - 109,29x + 39,418$	$R^2 = 0,3538$
	C	$y = 32,72x^{-0,0269}$	$R^2 = 0,0518$
	D	$y = 35,817e^{-0,1646x}$	$R^2 = 0,0084$
Przepuszczalność – całkowita powierzchnia właściwa	A	$y = 2,9057x + 25,668$	$R^2 = 0,0022$
	B	$y = -45,583x^2 + 13,328x + 25,328$	$R^2 = 0,0053$
	C	$y = 25,407x^{-0,0028}$	$R^2 = 0,0004$
	D	$y = 25,456e^{0,0569x}$	$R^2 = 0,0007$
Przepuszczalność – średnica progowa	A	$y = 181,9x + 4,0937$	$R^2 = 0,6177$
	B	$y = -1613,3x^2 + 550,78x - 7,9464$	$R^2 = 0,8974$
	C	$y = 5316,2x^{2,6425}$	$R^2 = 0,9312$
	D	$y = 0,1117e^{34,676x}$	$R^2 = 0,6958$
Przepuszczalność – udział porów większych od średnicy progowej	A	$y = -18,638x + 3,3016$	$R^2 = 0,5846$
	B	$y = 181,96x^2 - 60,243x + 4,6595$	$R^2 = 0,9053$
	C	$y = 0,0219x^{-1,1554}$	$R^2 = 0,7911$
	D	$y = 2,1185e^{-13,792x}$	$R^2 = 0,4892$
Przepuszczalność – udział porów większych niż 1 mikrometr	A	$y = 4,9929x + 0,8941$	$R^2 = 0,4083$
	B	$y = 5,3253x^2 + 3,7752x + 0,9338$	$R^2 = 0,4110$
	C	$y = 2,3048x^{0,2144}$	$R^2 = 0,3075$
	D	$y = 0,886e^{3,6207x}$	$R^2 = 0,3805$
Przepuszczalność – ciśnienie progowe	A	$y = -125,34x + 20,553$	$R^2 = 0,6564$
	B	$y = 1118,4x^2 - 381,06x + 28,9$	$R^2 = 0,9572$
	C	$y = 0,0002x^{-2,6393}$	$R^2 = 0,9353$
	D	$y = 10,421e^{-34,738x}$	$R^2 = 0,7031$

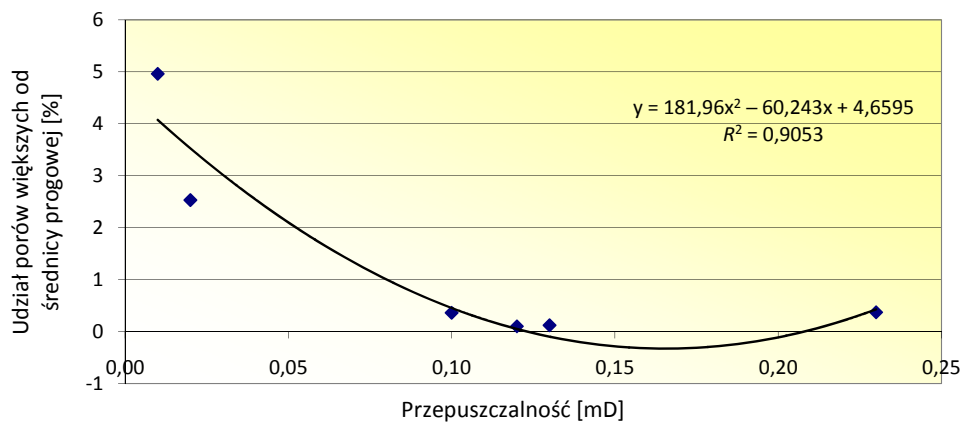
A – korelacja liniowa, B – korelacja wielomianowa, C – korelacja potęgowa, D – korelacja wykładnicza



Rys. 3. Zależność przepuszczalności kamienia cementowego od wartości ciśnienia progowego



Rys. 4. Zależność przepuszczalności kamienia cementowego od wartości średnicy progowej



Rys. 5. Zależność przepuszczalności kamienia cementowego od udziału porów większych od średnicy progowej

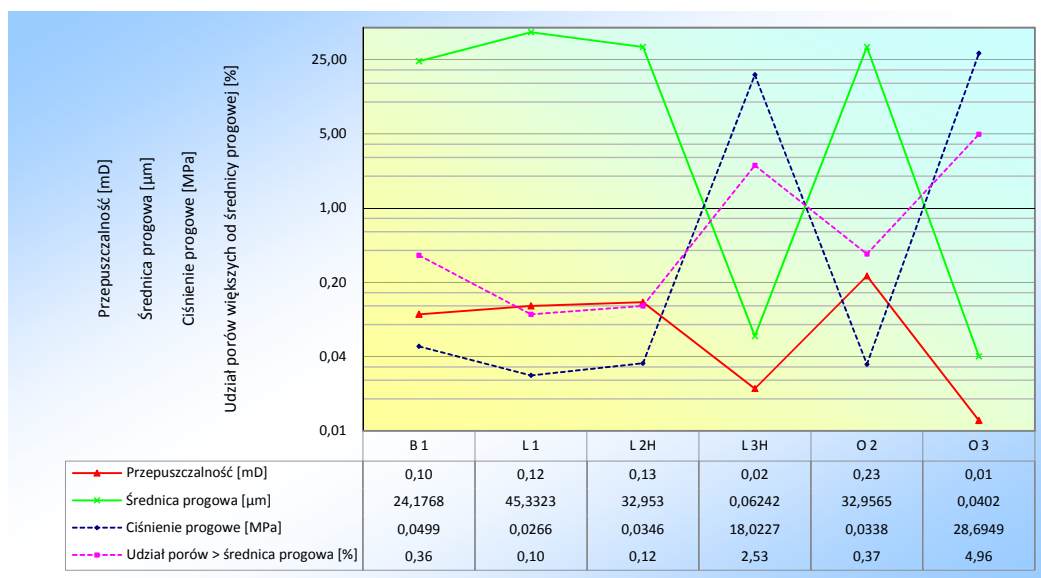
uzależniona od niego przepuszczalność ulega wzrostowi. Rysunek 4, na którym zaprezentowano potęgową krzywą regresji, potwierdza powyższe, zatem wraz ze wzrostem średnicy progowej (związanej ze zmniejszaniem się ciśnienia progowego) wzrostowi ulega przepuszczalność dla gazu danej próbki. Korelacja ta jest bardzo dobrze zobrazowana na rysunku 6, gdzie widoczna jest współzależność tych trzech parametrów. Na podstawie analizy korelacji uzyskanych wyników (tablica 4) stwierdzono, że kolejnym parametrem decydującym o szczelności płaszcza cementowego jest udział porów większych od średnicy progowej. Uzyskano wartość współczynnika determinacji $R^2 = 0,9053$. Również na rysunku 6 widoczna jest zależność, w której wraz ze wzrostem

udziału procentowego porów większych od średnicy progowej następuje obniżenie przepuszczalności badanej próbki.

Przeprowadzona analiza korelacyjna potwierdziła wcześniejsze założenia teoretyczne. Wychwycone zostały ponadto parametry najlepiej opisujące strukturę stwardniałego zaczynu cementowego pod kątem obniżenia jego przepuszczalności. Stwierdzono, że na jakość kształtującej się struktury stwardniałego zaczynu cementowego (pod kątem obniżenia przepuszczalności) największy wpływ mają parametry takie jak: ciśnienie progowe, powiązana z nim średnica progowa oraz udział porów większych od średnicy progowej. Pozostałe parametry również wpływają na obniżenie przepuszczalności kamienia cementowego, ale w mniejszym stopniu, ponieważ

jest to wpływ pośredni polegający na wzajemnych powiązaniach tych cech. Tak jest w przypadku porowatości ogólnej,

uzależnionej np. od gęstości próbki, dla której wskaźniki determinacji posiadają znacznie niższe wartości.



Rys. 6. Zależność parametrów opisujących mikrostrukturę kamieni cementowych

Podsumowanie

Zastosowanie drobnocząsteczkowego dodatku (np. mikrocement, mikrosilika) w recepturze zaczynu uszczelniającego już na etapie projektowania składu przyczynia się do powstania bardziej szczelnej matrycy stwardniałego zaczynu cementowego. Działanie takie ma znaczny wpływ na zwiększenie ciśnienia progowego i zmniejszenie średnicy progowej, a w efekcie – na obniżenie przepuszczalności stwardniałego zaczynu cementowego.

Przeprowadzone badania pozwoliły na stwierdzenie, że istnieje duża współzależność między obniżeniem przepuszczalności stwardniałego zaczynu cementowego a wzrostem udziału porów większych od średnicy progowej oraz wzrostem ciśnienia progowego. Znajomość tych zależności jest niezwykle ważna i przydatna podczas projektowania zaczynu odpornego na warunki podwyższonego ryzyka wystąpienia migracji gazu przez płaszcz cementowy. Dzięki prowadzonej analizie

parametrów zaczynu w stanie ciekłym, jak również mikrostruktury stwardniałego zaczynu cementowego, możliwe jest osiągnięcie znacznie większej efektywności uszczelniania przestrzeni pierścieniowej. Jakość kształtującej się mikrostruktury płaszczu cementowego jest w dużym stopniu uzależniona od parametrów opisywanych miarą przepuszczalności, ciśnienia oraz średnicy progowej, a także od udziału porów występujących w okolicach tych średnic oraz porowatości badanej próbki.

Prowadzone badania mikrostruktury stwardniałych zaczynów cementowych przyczyniają się do poszerzenia wiedzy na ten temat i w efekcie lepszego poznania zjawisk zachodzących podczas wiązania zaczynu w otworze wiertniczym. Efektem powyższego jest projektowanie nieprzepuszczalnego dla gazu, coraz bardziej skompaktowanego oraz charakteryzującego się niską porowatością płaszczu cementowego w otworach wierconych na złożach gazu ziemnego.

Prosimy cytować jako: Nafta-Gaz 2015, nr 10, s. 737–746

Artykuł nadesłano do Redakcji 8.05.2015 r. Zatwierdzono do druku 12.06.2015 r.

Praca została zrealizowana w ramach *Programu Blue Gas* – projekt Optidrilltec finansowanego przez NCBiR.

Literatura

- [1] Aksielrud G. A., Altszuler M. A.: *Ruch masy w ciałach porowatych*. Wydawnictwa Naukowo-Techniczne 1987.
- [2] Archie G. E.: *The electrical Resistivity Log as an Aid in Determining Some Reservoir Characteristics*. Transactions of American Institute of Mining and Metallurgical Engineers 1942, vol. 146.
- [3] Bentz D. P., Mizell S., Satterfield S., Devaney J., George W., Ketcham P., Graham J., Porterfield J., Quenard D., Vallee F., Sallee H., Boller E., Baruchel J.: *The visible cement data set*. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology 2002, 107, s. 137–148.
- [4] Dohnalik M., Zalewska J.: *Korelacja wyników laboratoryj-*

- nych uzyskanych metoda rentgenowskiej mikrotomografii, jądrowego rezonansu magnetycznego i porozymetrii rteciowej. Nafta-Gaz 2013, nr 10, s. 735–743.
- [5] Habrat S., Raczkowski J., Zawada S.: *Technika i technologia cementowan w wiertnictwie*. Wydawnictwo Geologiczne, Warszawa 1980.
- [6] Kaczmarczyk J., Dohnalik M., Zalewska J., Cnudde V.: *The interpretation of X-ray Computed Microtomography images of rocks as an application of volume image processing and analysis*. 18th International Conference on Computer Graphics, Visualization and Computer Vision'2010 (WSCG 2010), Pilzno 1–4.02.2010, WSCG2010 Communication Papers Proceedings, s. 23–30.
- [7] Kremieniewski M.: *Badania porowatosci stwardnialych zaczynow cementowych*. Praca naukowo-badawcza, Kraków 2011, nr. archiwalny DK-4100-24/11.
- [8] Kremieniewski M.: *Ocena przepuszczalnosci kamieni cementowych pod katem ograniczenia migracji gazu*. Prace Naukowe INiG – PIB 2014, nr 196.
- [9] Kremieniewski M.: *Wplyw warunkow hydratacji na strukture przestrzenna kamieni cementowych*. Nafta-Gaz 2013, nr 1, s. 51–56.
- [10] Lu S., Landis E. N., Keane D. T. : *X-ray microtomographic studies of pore structure and permeability in Portland cement concrete*. Materials and Structures 2006, 39, s. 611–620.
- [11] Nelson B.: *Cementowanie otworow wiertniczych*. Schlumberger Educational Service, Houston, Texas USA, 1990.
- [12] Stryczek S., Brylicki W., Rzepka M.: *Badania mikrostruktury stwardnialych zaczynow cementowych stosowanych do uszczelniania glebokich otworow wiertniczych*. Wiertnictwo, Nafta, Gaz 2006, tom 23, zeszyt 1.
- [13] Stryczek S., Gonet A., Wisniowski R.: *Wplyw wspolczynnika wodno-cementowego na parametry technologiczne swiezych zaczynow sporzadzonych na osnovie cementow wieloskladnikowych*. Wiertnictwo, Nafta, Gaz 2005, nr 22/1.
- [14] Stryczek S., Malolepszy J., Gonet A., Wisniowski R., Kotwica L., Zlotkowski A., Ziaja J.: *Popioly z fluidalnego spalania wegla brunatnego jako dodatek do zaczynow uszczelniajacych*. Monografia. Wydawnictwo AGH, Kraków 2013.
- [15] Such P.: *Metodyka i interpretacja pomiarow porozymetrycznych*. Prace IGNiG, Kraków 1994.
- [16] Such P.: *Model fizyczny przestrzeni filtracji basenu czerwonego spagowca*. Prace IGNiG, Kraków 1996.
- [17] Such P.: *Przestrzen porowa skal lupkowych*. Nafta-Gaz 2012, nr 9, s. 561–565.
- [18] Such P.: *Zastosowanie rachunku fraktalowego w badaniach przestrzeni porowej skal zbiornikowych*. Prace IGNiG 2002, nr 115, s. 27.



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: kremieniewski@inig.pl



Dr inż. Marcin RZEPKA
Kierownik Laboratorium Zaczynów Uszczelniających w Zakładzie Technologii Wiercenia.
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy
ul. Lubicz 25 A
31-503 Kraków
E-mail: rzepka@inig.pl



Prof. dr hab. inż. Stanisław STRYCZEK
Profesor zwyczajny
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu
al. Mickiewicza 30
30-059 Kraków
E-mail: stryczek@agh.edu.pl



Prof. dr hab. inż. Rafał WIŚNIEWSKI
Profesor nadzwyczajny
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu
al. Mickiewicza 30
30-059 Kraków
E-mail: wisniows@agh.edu.pl



Dr inż. Łukasz KOTWICA
Adiunkt
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki,
Katedra Technologii Materiałów Budowlanych
al. Mickiewicza 30. 30-059 Kraków
E-mail: lkotwica@agh.edu.pl



Mgr inż. Albert ZŁOTKOWSKI
Asystent
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu,
Katedra Wiertnictwa i Geoinżynierii
al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków
E-mail: azlot@agh.edu.pl