

На правах рукописи



**ХРАБРОВ ВАДИМ АЛЕКСАНДРОВИЧ**

**ПОВЫШЕНИЕ ИЗОЛИРУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ТАМПОНАЖНЫХ  
МАТЕРИАЛОВ В ПЕРИОД ИХ ГИДРАТАЦИИ ПРИ КРЕПЛЕНИИ  
СКВАЖИН**

Специальность: 2.8.2 - Технология бурения и освоения скважин (техн.)

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени кандидата  
технических наук

Москва - 2022

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина».

**Научный руководитель:** кандидат технических наук  
**Шуть Константин Федорович**

**Официальные оппоненты:** доктор технических наук, доцент,  
ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет», профессор кафедры разработки и эксплуатации нефтяных и газовых месторождений  
**Савенок Ольга Вадимовна**

кандидат технических наук,  
ООО «Центр цементирования скважин»,  
начальник технологического отдела  
**Кривошей Александр Викторович**

**Ведущая организация:** **ООО «Научно-исследовательский институт природных газов и газовых технологий - Газпром ВНИИГАЗ»**

Защита диссертации состоится 2 марта 2023 г. в 15:00 ч. на заседании диссертационного совета 24.2.369.06, созданного на базе федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина», по адресу: 119991, г. Москва, Ленинский проспект, 65, корп. 1, ауд. 323-9.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ФГАОУ ВО «РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина» и на официальном сайте <https://www.gubkin.ru>

Автореферат разослан «\_\_\_\_\_» января 2023 г.

Ученый секретарь диссертационного совета, к.т.н., доцент



Богатырева Е.В.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность проблемы.** Миграция пластового флюида по зацементированному кольцевому пространству является крайне опасным явлением, которое может возникать непосредственно после продавки тампонажного раствора в кольцевое пространство, при формировании цементного камня (переходный период из жидкого состояния в твердое) и после схватывания цементного камня.

Настоящая работа посвящена проблемам, связанным с герметичностью крепи скважины в переходный период тампонажного раствора из жидкого состояния в твердое, т.к. в данный момент времени поровое давление, создаваемое столбом цементного раствора, снижается до пластового давления в зоне проницаемых горизонтов, что является результатом выхода твердой фазы суспензии из взвешенного состояния, а напротив непроницаемых стенок скважины может снижаться ниже гидростатического давления в результате развития вакуума (разрежения) в межзерновом пространстве при связывании и потреблении цементными зернами молекул воды.

Для повышения изолирующей способности цементных суспензий используют минеральные расширяющие добавки, алюминиевую пудру, компенсирующую снижение порового давления столба цементного раствора в период ОЗЦ, понизители фильтратоотдачи на основе природных и синтетических полимеров, вспенивающие поверхностно-активные вещества, соли двух-трехвалентных металлов, которые рекомендуют к применению в качестве блокаторов поступления пластового флюида.

Широкий перечень предлагаемых решений связан в первую очередь с отсутствием единого, регламентированного подхода по оценке изолирующей способности формирующегося цементного камня, методики и соответствующего комплекса лабораторных испытаний.

Возникает актуальная проблема разработки методики оценки способности формирующегося цементного камня сопротивляться проникновению пластового флюида, а также мероприятий, связанных со свойствами и составом тампонажного раствора и направленных на повышение изолирующей способности формирующегося цементного камня.

**Степень разработанности темы исследования.** Существенный вклад в изучение проблемы повышения герметичности крепи скважины в период ожидания затвердевания цемента и в решение ее внесли: Аверьянов А.П., Агзамов Ф.А., Ангелопуло О.К., Булатов

А.И., Гайворонский А.А., Гатауллин А.М., Геранин М.П., Горлов А.Е., Грачев В.В., Гусев С.С., Данюшевский В.С., Джабаров К.А., Дюсюнгалиев М.А., Ефимов Н.Н., Калинин А.Г., Колчанов П.О., Коток А.А., Куксов А.К., Леонов Е.Г., Малеванский В.Д., Овчинников В.П., Ризванов Ш.З., Рогожина М.В., Савенок О.В., Следков В.В., Соловьев Е.М., Фарукшин Л.Х., Фёдоров В.Н., Черненко А.В., Щульга Г.П., Abbas G., Al-Ansari A.A., Al-Yami A.S., Aunea L., Beirute R.M., Blanco A.M., Brennen M.A., Cadix A. Thant, Calado V., Cheung P.R., Colina A.M., Dean G.D., Irawan S., Jennings S.S., Khan, M.N., Kumar S., Memon S. Miller E.C., Nasr-El-Din H.A., Nelson T., Neufeld J., Parcevaux P.A., Phan C., Rocha J., Sabins F.L., Sutton D.L., Tavares F., Tinsley J.M., Vazquez G., Wilson J. и многие другие исследователи. Многие научные работы датируются концом 20 века, в связи с чем возникает ситуация с недостаточной исследованностью вопроса о влиянии разработанных в последние годы полимерных и минеральных добавок на изолирующую способность формирующегося цементного камня.

**Цель работы.** Повышение изолирующей способности тампонажных материалов в период их гидратации при креплении скважин.

#### **Основные задачи исследований.**

1. Определение значимых признаков изолирующей способности цементных суспензий в переходном периоде из жидкого состояния в твердое на основании анализа научно-технической литературы.
2. Разработка методики оценки изолирующей способности цементных суспензий в переходном периоде времени.
3. Исследование влияния полимерных блокирующих добавок на изолирующую способность цементных суспензий.
4. Разработка рекомендаций по проектированию многокомпонентных смесей, обладающих повышенной изолирующей способностью.
5. Изучение влияния минеральных расширяющих добавок на изолирующую способность цементных суспензий на этапе ожидания затвердевания цемента.

#### **Научная новизна.**

1. Экспериментально установлено, что изменение веса твердого тела в процессе формирования структуры в цементной суспензии зависит от активности физико-химического процесса гидратации вяжущего материала, характера взаимодействия контактирующих материалов и наличия свободной жидкости над формирующимся камнем.

2. Экспериментально установлено, что изменение веса твердого тела в формирующейся структуре цементной суспензии определяется сцеплением формирующегося камня с контактирующими поверхностями, которое может регулироваться добавками в составе сухой смеси.

3. Разработана методика оценки изолирующей способности цементных суспензий по интенсивности фильтрации после максимальной разгрузки цементной суспензии на внутреннюю контактирующую поверхность.

4. Установлено, что изолирующая способность цементных суспензий в переходном периоде твердения повышается при применении водорастворимых полимеров, обладающих адгезионными свойствами (например, синтетические полимеры на основе акриловых мономеров сульфоновой кислоты), а также при оптимизации распределения частиц по размеру в цементно-минеральной смеси.

5. Обоснована методика определения совместимости синтетических полимеров на основе акриловых мономеров сульфоновой кислоты, добавок и материалов в составе тампонажной смеси, применяемых для повышения изолирующей способности формирующегося камня, по характеру изменения вязкости полимера в присутствии неорганических солей и минеральных расширяющих добавок.

### **Теоретическая и практическая значимость работы.**

1. Теоретические и практические исследования диссертации направлены на разработку рецептур тампонажных растворов, обладающих повышенной изолирующей способностью, что позволяет снизить вероятность образования каналов и увеличить продолжительность безаварийной работы скважины. Практические исследования позволили проанализировать ранее предлагаемые решения, а также разработать новые рекомендации к выбору рецептур тампонажных растворов, обладающих повышенной изолирующей способностью.

2. Разработанная описательная модель изменения веса твердого тела, находящегося в формирующемся цементном камне, позволяет проводить сравнительную оценку характера сцепления последнего с внешней и внутренней ограничивающими поверхностями в переходном периоде времени в динамике при наличии и отсутствии внешней подпитки.

3. Разработана методика оценки изолирующей способности цементных суспензий, показаны условия, которые необходимо соблюдать при проведении сравнительных лабораторных испытаний.

4. Метод определения совместимости добавок и материалов в составе сухой смеси с синтетическими полимерными добавками на основе акриловых мономеров сульфоновой кислоты, применяемыми в качестве блокатора поступления пластового флюида, позволяет проводить оперативную оценку исследуемых полимеров без проведения испытаний на тампонажных растворах.

5. Основные положения диссертации используются автором при проведении практических занятий у студентов в РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина на кафедре бурения нефтяных и газовых скважин. Практические занятия проводятся с использованием методик и на учебных стендах, разработанных в рамках диссертации.

**Методология и методы исследования.** В работе использовались следующие методы логики: метод анализа, метод исследования причинно-следственных связей, метод эмпирического обобщения, метод индукции. При проведении лабораторных испытаний цементный раствор готовился в соответствии со стандартом ISO 10426-2:2003 (пункт 5). Кондиционирование раствора происходило в атмосферном консистометре. Реологические свойства определялись с помощью ротационного вискозиметра, сроки загустевания - с помощью консистометра высокого давления, динамика изменения статического напряжения сдвига цементного теста - с помощью ультразвукового анализатора, набухание порошков расширяющих добавок - с помощью тестера линейного расширения. Для изучения изолирующей способности формирующегося цементного камня и для оценки сцепления формирующегося камня с внешней и внутренней ограничивающими поверхностями были разработаны лабораторные стенды. Для определения состава материалов и добавок использовались рентгеновский дифрактометр и инфракрасный спектрометр.

#### **Положения, выносимые на защиту.**

1. Кинетика изменения веса твердого тела в формирующейся структуре цементной суспензии зависит от активности физико-химического процесса гидратации вяжущего материала, характера взаимодействия контактирующих материалов и наличия свободной жидкости над формирующимся камнем.

2. Интенсивность фильтрации флюида через формирующуюся структуру камня после максимальной разгрузки на внутреннюю контактирующую поверхность зависит от изолирующих свойств цементных суспензий при их агрегатном переходе в твердое состояние.

3. Расслоения цементно-минеральной суспензии в статических и динамических условиях можно избежать, используя в качестве блокатора поступления пластового флюида водорастворимые полимеры на основе акриловых мономеров сульфоновой кислоты, при условии, что вязкость раствора полимера не снижается в присутствии других добавок.

4. Для повышения изолирующих свойств цементных суспензий кроме оптимизации распределения частиц по размеру в цементно-минеральной смеси с целью снижения проницаемости формирующейся структуры цементного камня необходимо вводить водорастворимые полимеры для увеличения вязкости поровой жидкости и повышения адгезионных свойств формирующегося камня в переходном периоде времени.

**Степень достоверности результатов.** Достоверность результатов подтверждается результатами лабораторных испытаний, проведенных на аттестованном оборудовании по стандартизированным методикам и с использованием поверенных средств измерения. В работе использовались материалы литературных источников и собственных исследований, которые позволили смоделировать изучаемые в рамках диссертации процессы, принять рабочую гипотезу, которая не противоречит общепринятой теории гидратации вяжущих материалов.

**Личный вклад автора** заключается в выборе направления исследований, формулировке цели и задач; в анализе и обобщении литературных источников; в проведении объема исследований, обработке и интерпретации полученных результатов; в получении научных выводов и в подготовке рекомендаций; в участии во внедрении результатов исследований и их апробации в виде публикаций и научных докладов.

**Апробация работы.** Рассмотренные в диссертации вопросы докладывались на научных семинарах кафедры бурения нефтяных и газовых скважин РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина 2019-2022 г.; научно-технической конференции ООО «Газпром флот» - настоящее и будущее освоения континентального шельфа Российской Федерации» (Москва, 2019 г.); 5-ой Международной научно-практической конференции «Булатовские чтения» (Краснодар, 2021г.); международной онлайн конференции «Online International Conference on the Cooperation and Integration of Industry, Education, Research and Application. Forum on Frontiers of Advanced Drilling and Exploitation Technologies for Underground Resources» совместно с Цзилиньским университетом (Москва, 2021 г.); 76-й международной молодежной научной конференции «Нефть и газ - 2022» (Москва, 2022 г.).

**Публикации.** Основное содержание работы опубликовано в 10 печатных работах, в т.ч. в 6 статьях, опубликованных в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях из Перечня ВАК Минобрнауки РФ.

**Структура и объем работы.** Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, основных выводов и рекомендаций, списка литературы, включающего 112 наименований отечественных и зарубежных авторов и приложений. Работа содержит 168 страниц машинописного текста, 75 рисунков, 16 таблиц.

**Благодарности.** Автор выражает благодарность за научное руководство к.т.н. доценту Шуть К.Ф., за помощь в процессе подготовки работы профессору Подгорнову В.М., профессору Леонову Е.Г., профессору Оганову А.С., доценту Следкову В.В.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность проблемы повышения изолирующей способности цементного камня на ранних стадиях его формирования, сформулированы цель и задачи исследования, показаны научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, обозначены основные положения, выносимые на защиту, приведены сведения об апробации работы и ее структуре.

**В первой главе** проведен обзор и анализ научно-технической литературы, посвященной разработке методики оценки изолирующей способности цементных суспензий, а также разработке рекомендаций по повышению изолирующей способности формирующегося цементного камня.

Под изолирующей способностью цементных суспензий (формирующегося цементного камня) понимается способность их противостоять миграции пластового флюида через формирующуюся структуру и по контакту с ограничивающей поверхностью.

Проведенный анализ показал, что в настоящее время отсутствуют стандарты, направленные на измерение способности цементного раствора контролировать миграцию пластового флюида, а также показатель, который однозначно характеризует изолирующую способность формирующегося цементного камня.

Обращено внимание на то, что применение крупногабаритных установок затруднительно ввиду сложностей, возникающих при проведении лабораторных испытаний. На данный момент представлены две конструкции малогабаритных испытательных стендов, которые получили промышленное распространение: анализатор миграции газа и анализатор гидратации цемента.



В качестве показателя, характеризующего изолирующую способность цементных растворов, отечественными и зарубежными учеными предлагается использовать: проницаемость столба тампонажного раствора в различные периоды времени после оставления его в покое; максимальный относительный перепад пластовых давлений, при котором отсутствуют перетоки жидкости через столб тампонажного раствора; показатель начала фильтрации, который соответствует величине снижения порового давления; характер изменения порового давления тампонажного раствора во времени.

Анализ научно-технической литературы также позволил выделить ряд «косвенных» требований, которыми руководствуются специалисты при проектировании рецептур растворов, способных бороться с миграцией пластовых флюидов на раннем этапе формирования цементного камня: набор консистенции под прямым углом; рост статического напряжения сдвига раствора в диапазоне от 50 до 250 Па менее чем за 45 минут; интенсивность фильтратоотдачи раствора менее 50 миллилитров за 30 минут сбора фильтрата; отсутствие водоотделения; безусадочность тампонажного материала и расширение структуры формирующегося цементного камня в процессе гидратации.

Большинство представленных требований являются необоснованными, а многообразие подходов и решений в первую очередь связано с отсутствием общепринятых норм и рекомендаций к выбору рецептур тампонажных растворов, обладающих повышенной изолирующей способностью.

**Во второй главе** перечислен комплекс экспериментальных установок и методик, используемых при изучении свойств функциональных добавок, тампонажных растворов и формирующегося цементного камня.

Определение коэффициента проницаемости столба цементного раствора затруднительно из-за сложности оценки влияния капиллярной жидкости в структуре формирующегося цементного камня. Оценка максимального относительного перепада пластовых давлений, при котором отсутствуют перетоки через цементный скелет, является затруднительной процедурой, поскольку требует проведения многочисленных испытаний с разными пластовыми давлениями.

В качестве показателя, характеризующего изолирующую способность, предложена интенсивность фильтрации ( $C$ ), равная отношению объемного расхода газа через формирующееся цементное тесто, приведенного к стандартным условиям ( $Q_{ст}$ ) к перепаду квадратов давлений на входе и на выходе из образца ( $P_{вх}^2 - P_{вых}^2$ ):

$$C = \frac{Q_{\text{ст}}}{P_{\text{ВХ}}^2 - P_{\text{ВЫХ}}^2}. \quad (1)$$

При расчете интенсивности фильтрации, в отличие от коэффициента проницаемости, не требуется обоснование режима фильтрации, а также определение коэффициента динамической вязкости рабочего агента, что является затруднительной процедурой, поскольку в процессе формирования каналов в формирующейся структуре цементного камня реологические свойства, состав и плотность последнего будут меняться.

Из выражения (1) видно, что чем меньше объемный расход газа на выходе из рабочего цилиндра при фиксированном перепаде давления, тем меньше расчетное значение интенсивности фильтрации. Исследуемый состав будет обладать лучшей изолирующей способностью при меньшем значении интенсивности фильтрации при равных условиях сравнительных испытаний.

Изучение изолирующей способности формирующегося цементного камня происходило на установке, схема которой представлена на рисунке 1.

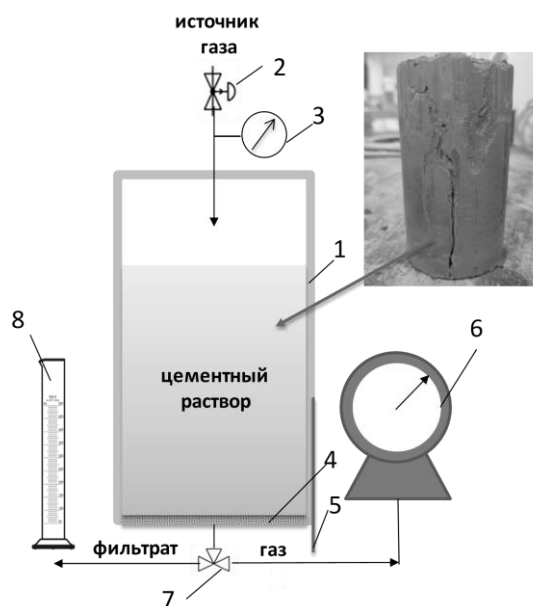


Рисунок 1 - Испытательный стенд для определения интенсивности фильтрации газа через цементное тесто: 1 – рабочий цилиндр, 2 – редуктор, 3 – манометр, 4 – фильтрующий элемент (325 меш), 5 – термопара, 6 – газосчетчик барабанный, 7- трехходовой вентиль, 8 - мерный цилиндр

На значение интенсивности фильтрации оказывают влияние герметичность контакта формирующегося камня с ограничивающей поверхностью и герметичность формирующейся структуры цементного камня. Поскольку интенсивность фильтрации не

учитывает габариты рабочего цилиндра, материал, способ обработки поверхности рабочего цилиндра и объем исследуемой жидкости, то именно эти параметры необходимо фиксировать при проведении сравнительных испытаний.

Результаты определения интенсивности фильтрации для цементного раствора базовой рецептуры плотностью  $1900 \text{ кг/м}^3$ : 100%ПЦТ-I-G+3%CaCl<sub>2</sub>(пвц) представлены в таблице 1. Кондиционирование растворов происходило в течение 40 минут при циркуляционной температуре 25 °С. Статическая температура равнялась 35 °С.

Таблица 1 - Результаты определения интенсивности фильтрации для цементного раствора базовой рецептуры

№ п/п	Интервал времени, мин		Фильтратоотдача цементного раствора		Интенсивность фильтрации С, $\text{м}^3/(\text{ч} \cdot \text{МПа}^2)$
	в покое	общее время после приготовления	V, мл	время сбора фильтрата, мин	при давлении на входе 0,34 МПа*
1	0	0	78	3,03	2,713
2	30	70	34	1,67	6,309
3	55	95	16	1,25	6,539
4	85	125	3	0,37	6,752
5	120	160	0	-	0,511

\*Во избежание разрыва слабой несформировавшейся структуры цементного камня не рекомендуется создавать избыточное давление на входе в рабочий цилиндр более 0,34 МПа.

В момент времени после затворения цементного раствора наблюдается максимальное отфильтровывание жидкости затворения. На фильтрующем элементе наблюдается формирование уплотненной цементной корки, которая снижает интенсивность фильтрации, что создает дополнительную погрешность при оценке изолирующей способности, связанную с кольматацией фильтрующего элемента ( $C_1=2,713 \text{ м}^3/(\text{ч} \cdot \text{МПа}^2)$ ).

Проведенные испытания показали, что для базового состава критический момент (Ткр) возникает при времени выдержки цементного теста в покое в течение 85 минут, при котором интенсивность фильтрации достигает своего максимального значения. В данный момент времени наблюдается отслоение цементного теста от внешней стенки, что связано с усадкой формирующегося цементного камня.

Поскольку проведение многочисленных испытаний для определения критического момента времени исследуемого состава, при котором интенсивность фильтрации достигает

своего максимального значения, затруднительно, была поставлена задача поиска альтернативного метода определения критического момента времени.

Для относительно быстрой оценки критического момента времени предложен к применению метод гидростатического взвешивания.

Момент времени, при котором происходит максимальную разгрузку формирующегося цементного камня на внутреннюю контактирующую поверхность (стержень), предложено считать критическим моментом времени, поскольку, как будет доказано в главе 3, в данный момент времени наблюдается отслоение формирующегося цементного камня от внешней стенки, что приводит к снижению герметичности по контакту с ограничивающей поверхностью. Важными условиями являются соблюдение одинаковой геометрии вмещающего стакана при определении привески скелета цементного раствора на стержень и рабочего цилиндра для определения интенсивности фильтрации, а также фиксированный объем исследуемого тампонажного состава.

Изучение характера изменения веса твердого тела, находящегося в формирующемся цементном камне, осуществлялось с помощью лабораторных весов с комплектом для измерения массы подвешенного твердого тела. Схема весов в сборе для измерения массы подвешенного твердого тела показана на рисунке 2.

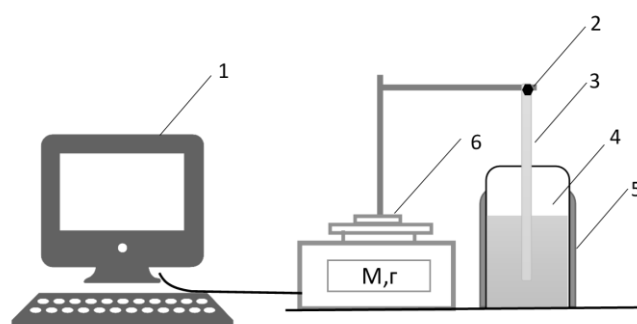


Рисунок 2 - Схема весов в сборе для определения изменения веса твердого тела, погруженного в цементную суспензию, методом гидростатического взвешивания: 1 – блок сбора данных, 2 – фиксатор твердого тела, 3 – подвешенное твердое тело, 4 – емкость с исследуемым цементным раствором, 5 – термостакан, 6- лабораторные весы с комплектом для измерения массы подвешенного твердого тела

По результатам лабораторных испытаний строили кривые изменения привески скелета цементного раствора на поверхность твердого тела и изменения скорости роста привески во времени. На графики также накладывалась кривая роста статического

напряжения сдвига формирующегося цементного теста, снятая неразрушающим методом с помощью ультразвукового анализатора цемента. В качестве материала стержня было решено использовать латунь из-за отсутствия влияния материала на кинетику гидратации вяжущего материала.

На рисунке 3 представлены кривые изменения привески скелета цементного раствора на стержень, полученные для цементного раствора базовой рецептуры плотностью 1900 кг/м<sup>3</sup>: 100%ПЦТ-I-G+3%CaCl<sub>2</sub>(пвц). Цементный раствор кондиционировался в течение 40 минут при циркуляционной температуре 25°C, статическая температура равнялась 35°C. Диаметр стержня d=10 мм, глубина погружения стержня в цементный раствор Lпогр=39 мм, масса стержня в воздухе Mв=67,4 г.

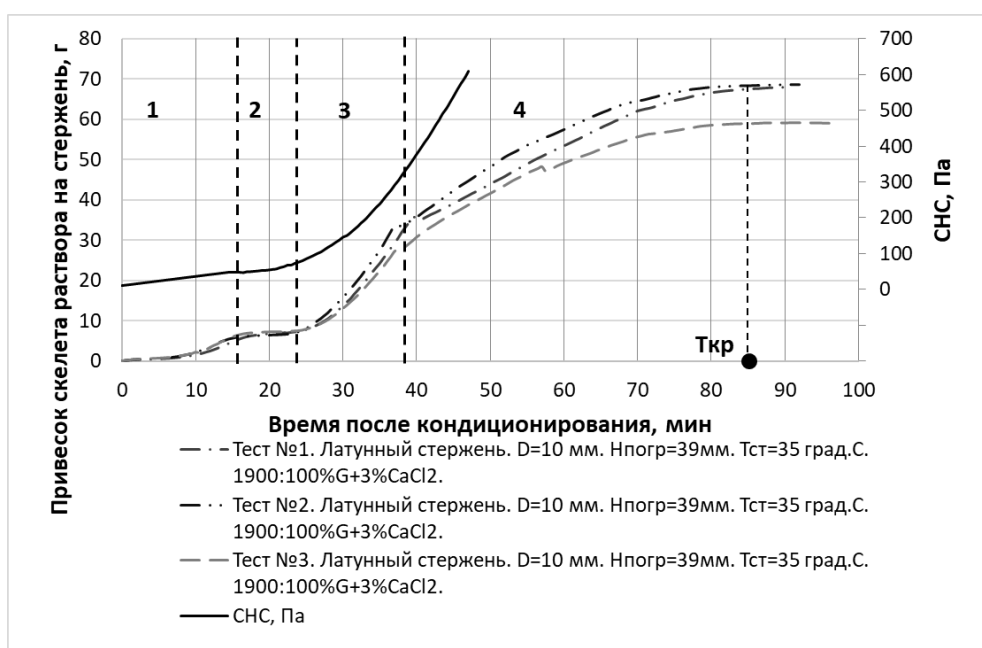


Рисунок 3- Изменение привески скелета цементного раствора на стержень (тест на повторяемость)

Результаты трех испытаний показали хорошую повторяемость. Анализ полученных кривых позволил разбить их на четыре интервала по времени в зависимости от характера изменения веса твердого тела, находящегося в формирующемся цементном камне.

Таким образом, методика определения изолирующей способности формирующегося цементного камня состоит из следующих этапов. На первом этапе определяется критический момент времени по кривой изменения привески скелета цементного раствора на стержень (рисунки 3 и 4). На втором этапе проводится оценка интенсивности фильтрации после выдержки образца в покое в течение критического момента времени.

Для предотвращения перетоков пластового флюида на ранней стадии формирования цементного камня и при наличии в цементируемом разрезе пластов с аномально высокими пластовыми давлениями (АВПД) рекомендуют к применению состав, обладающий меньшим значением интенсивности фильтрации в критический момент времени при одинаковых условиях сравнительных лабораторных испытаний.

**Третья глава** посвящена анализу факторов, влияющих на характер изменения веса твердого тела, находящегося в формирующемся цементном камне.

Изучено влияние статической температуры, материала и формы твердого тела, обработки поверхности твердого тела, площади контакта твердого тела с формирующимся цементным камнем, обработки поверхности вмещающего стакана, наличия столба свободной жидкости над формирующимся цементным камнем на характер изменения привески скелета цементного раствора на стержень.

По результатам экспериментальных данных предложена описательная модель изменения веса твердого тела в формирующемся цементном камне (рисунок 4). Впервые выделены интервалы времени, характеризующие физико-химические процессы гидратации вяжущего материала.

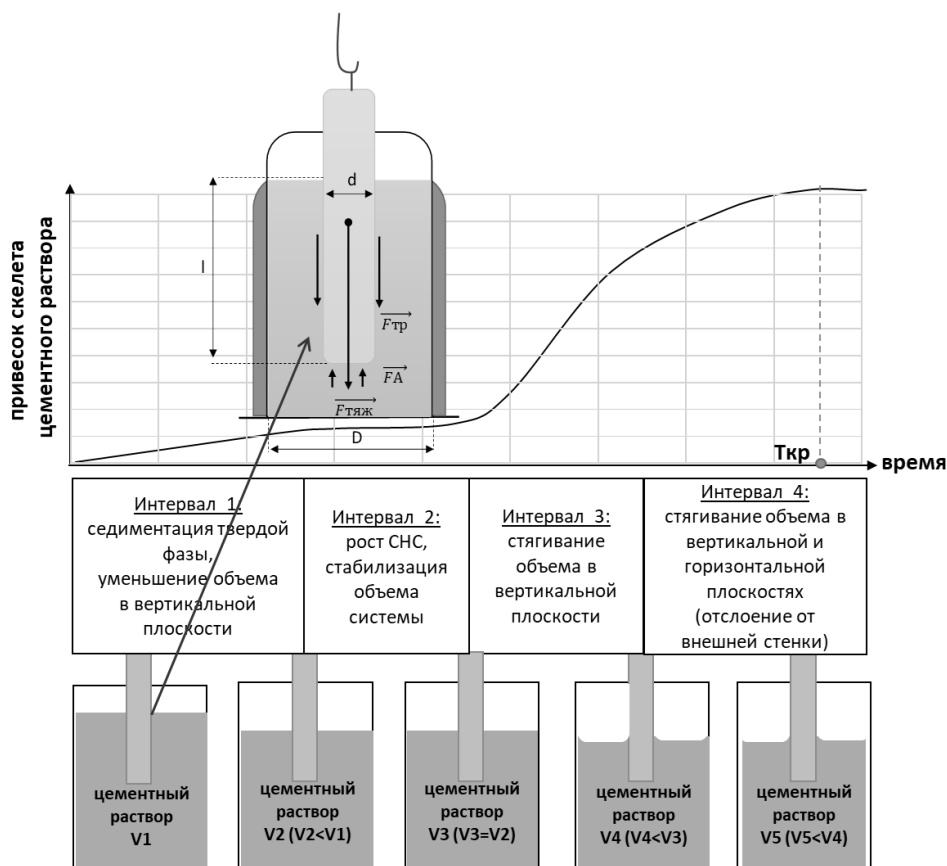


Рисунок 4 - Процессы, оказывающие влияние на изменение веса твердого тела в формирующемся цементном камне при отсутствии столба воды над цементным тестом

Интервал времени 1 (начальный рост веса твердого тела) связан с трением твердой фазы цементной суспензии (частиц цемента и наполнителей) при седиментации последних под действием силы тяжести. Уменьшение внешнего объема системы возможно за счет потребления цементными зернами молекул воды.

Интервал времени 2 (стабилизация веса твердого тела) связан с ростом статического напряжения сдвига, в результате чего седиментация твердой фазы прекращается.

Интервал времени 3 (активный рост веса твердого тела) связан с развитием вакуума в межзерновом пространстве при связывании свободной воды и переходе ее в более плотное состояние. В данный интервал времени происходит стягивание подвижного цементного теста в вертикальной плоскости по направлению силы тяжести.

Интервал времени 4 (снижение скорости роста привески скелета цементного раствора на поверхность твердого тела, выполаживание кривой изменения веса твердого тела) связан с усадкой формирующегося цементного камня в связи с продолжающимся развитием вакуума (разрежения) в межзерновом пространстве. В данный период времени наблюдается отслоение цементного камня от внешней стенки, который при этом разгружается на поверхность помещенного внутрь объема твердого тела. Объем формирующегося камня уменьшается как в вертикальной, так и горизонтальной плоскостях. На 4 интервале времени система наиболее проницаема, так как в более позднем периоде времени будет происходить расширение системы в результате роста кристаллогидратов в кристаллической решетке формирующегося камня, что будет приводить к уменьшению проницаемости системы (таблица 1).

При наличии над формирующимся цементным камнем столба воды, в том числе при расслоении цементной суспензии, отмечено отсутствие прироста веса твердого тела в интервалах времени 3 и 4, что может говорить о проникновении свободной жидкости в структуру формирующегося камня и по поверхности твердого тела на этапе развития вакуума в межзерновом пространстве, а также о слабом контакте формирующегося цементного теста-камня с поверхностью помещенного внутрь объема твердого тела или об отсутствии контакта. Наличие столба свободной жидкости не повлияло на характер изменения веса твердого тела на 1 интервале времени.

В главе описаны следующие возможности методы гидростатического взвешивания.

1. Оценка седиментационной устойчивости суспензий по величине привески скелета последней на 1-ом интервале времени.

2. Оценка момента времени, при котором суспензия обладает структурной прочностью, препятствующей осаждению дисперсной фазы (начало 2-го интервала времени).

3. Оценка времени начала и окончания отслоения формирующегося цементного камня от внешней стенки (начало и конец 4-го интервала времени).

4. Оценка характера сцепления формирующегося цементного камня с внешней и внутренней поверхностями по величине привески скелета цементного раствора на твердое тело и по скорости роста привески.

5. Оценка способности цементного теста сопротивляться проникновению свободной жидкости на этапе развития вакуума в межзерновом пространстве и сохранять контакт с поверхностью твердого тела при моделировании столба свободной жидкости над цементной суспензией по наличию или отсутствию разгрузки цементного теста на внутреннюю контактирующую поверхность на 3-ем и 4-ом интервалах времени.

**Четвертая глава** посвящена исследованию влияния полимерных блокирующих добавок на изолирующую способность формирующегося цементного камня.

Было изучено влияние гидроксиэтилцеллюлозы (ГЭЦ), стирол-бутадиенового жидкого латекса, синтетических полимеров на основе акриловых мономеров сульфоновой кислоты (АМПС), поливинилацетата (ПВА) на сцепление формирующегося цементного камня с внешней и внутренней ограничивающими поверхностями в переходном периоде времени.

Характер сцепления оценивался косвенным методом по величине привески скелета цементного раствора на поверхность твердого тела, находящегося в формирующемся цементном камне. Также изучалась способность формирующегося цементного камня сохранять контакт с поверхностью помещенного внутрь объема твердого тела на этапе развития вакуума в межзерновом пространстве при наличии внешней подпитки.

В качестве базового состава готовился цементный раствор плотностью  $1900 \text{ кг/м}^3$  из цемента марки ПЦТ-I-G-CC1 в соответствии со стандартом ISO 10426-2:2003 (пункт 5). Предварительное кондиционирование тампонажных растворов происходило при  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 40 минут, статическая температура равнялась  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ . Концентрация полимеров на основе АМПС, ГЭЦ равнялась 0,8% по весу цемента, концентрация ПВА – 2% по весу цемента, концентрация жидкого латекса – 133 л/т сухого цемента.

В случае применения жидкого латекса отмечен наименьший привесок скелета цементного раствора на стержень как на этапе развития вакуума в межзерновом



пространстве, так и на этапе отслоения цементного теста от внешней стенки, что говорит о лучшей связи формирующегося камня с поверхностью твердого тела в случае применения блокирующих добавок данного типа. Во всех случаях за исключением применения ПВА отмечено сохранение связи формирующегося цементного камня с поверхностью твердого тела при проведении испытаний на проникновение воды. Как и при отсутствии внешней подпитки наименьшее значение величины привески скелета цементного раствора на поверхность твердого тела зафиксировано при применении жидкого латекса.

Были проведены испытания по определению интенсивности фильтрации газа в критический момент времени в суспензиях, содержащих полимерные блокирующие добавки, при избыточном давлении на входе в рабочий цилиндр 0,34 МПа. Результаты испытаний представлены на рисунке 5.

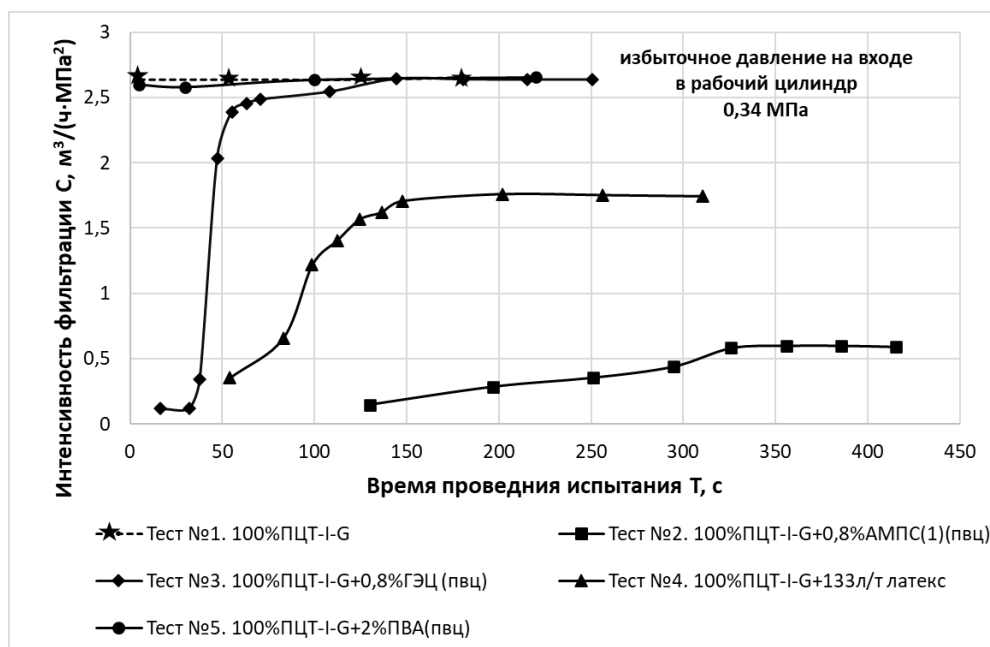


Рисунок 5 - Характер изменения интенсивности фильтрации газа во времени при применении различных типов водорастворимых полимеров

Отмечено, что интенсивность фильтрации газа через формирующийся цементный камень при применении ГЭЦ в начальный момент времени относительно низкая (тест №3:  $C_1=0,12 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ ). В течение минуты при фиксированном давлении на входе в рабочий цилиндр наблюдается разрыв структуры, прорыв газа по контакту со стальной стенкой, который отчетливо виден по кратному увеличению объемного расхода газа на выходе из рабочего цилиндра (тест №3:  $C_2=2,63 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ ). Похожая ситуация наблюдается и в случае применения жидкого латекса в качестве блокирующего агента (тест №4:  $C_1=0,35 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ ,  $C_2=1,75 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ ).

При анализе фотографий образцов цементного камня и поверхностей рабочего цилиндра после испытаний отмечен разрыв слабой структуры в случае применения ГЭЦ и формирование не сплошной, прерывистой пленки на поверхности рабочего цилиндра в случае применения жидкого латекса.

При применении в качестве блокирующего агента синтетического полимера на основе АМПС мономеров отмечается отсутствие фильтрации газа в течение первых двух минут испытания. После зафиксировано увеличение интенсивности фильтрации с  $C_1=0,15 \text{ м}^3/(\text{ч} \cdot \text{МПа}^2)$  до  $C_2=0,60 \text{ м}^3/(\text{ч} \cdot \text{МПа}^2)$ .

Интенсивность фильтрации также определяли при давлениях на входе в рабочий цилиндр 0,69 МПа и 1,38 МПа. Отмечено, что с увеличением перепада давления разность между значениями интенсивности фильтрации исследуемых образцов уменьшается, что связано с прорывом структуры формирующегося камня, а также с формированием проводящих каналов по контакту с ограничивающей стенкой с ростом перепада давления на образце.

Дополнительные испытания показали, что применение ГЭЦ и стирол-бутадиенового латекса неэффективно при нормальных температурах. При увеличении статической температуры до 80 °С наиболее эффективным с позиции влияния на изолирующие свойства цементных суспензий оказался стирол-бутадиеновый латекс ( $C=0,004 \text{ м}^3/(\text{ч} \cdot \text{МПа}^2)$ ).

В главе изучено влияние времени переходного периода, которое оценивали по разнице между достижением статического напряжения сдвига (СНС) 50 Па и 250 Па с помощью ультразвукового анализатора цемента, на изолирующие свойства цементных суспензий. Корреляционный анализ с применением коэффициента корреляции Пирсона показал, что зависимость между временем переходного периода и интенсивностью фильтрации в критический момент времени отсутствует ( $r=0,09$ ), что не позволяет использовать данный показатель для характеристики изолирующих свойств цементных суспензий.

В главе представлена методика для определения совместимости добавок и материалов в составе тампонажной смеси с синтетическими полимерными добавками на основе АМПС мономеров, которая позволяет проводить оперативную оценку добавок и материалов и прогнозировать осложнения, которые могут возникать в случае применения несовместимых компонентов.

Отмечено, что в зависимости от типа полимеризующего агента, применяемого при синтезе полимера, возможен различный характер изменения вязкости водного раствора

конечного продукта в присутствии неорганических солей, применяемых в качестве ускорителей загустевания цементного раствора ( $\text{CaCl}_2$ ) и противоосадочных добавок ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ,  $\text{NaAlO}_2$ ), минеральных расширяющих добавок. Несовместимыми с синтетическим полимером считаются добавки и материалы, в присутствии которых наблюдается снижение вязкости водного раствора полимера.

В главе показано, что применение несовместимых компонентов может стать причиной расслоения цементной суспензии, которое характеризуется осаждением твердой фазы, всплытием облегчающей добавки, образованием каналов и поясов воды, изменением характера и скорости набора консистенции. Акцентировано внимание на том, что при применении блокирующих добавок на основе АМПС мономеров совместно с расширяющими добавками на минеральной основе или совместно с ускорителями загустевания типа  $\text{CaCl}_2$  необходимо контролировать расслоение суспензии в связи с отрицательным влиянием катионов кальция на структуру водорастворимого полимера.

Методика определения совместимости добавок и материалов в составе тампонажной смеси с синтетическими полимерными добавками на основе АМПС мономеров включает в себя следующие этапы. На первом этапе определяется вязкость водного раствора полимера с концентрацией, сопоставимой с концентрацией в исследуемом тампонажном растворе. На втором этапе оценивается влияние добавок и материалов, применяемых в проектируемом тампонажном растворе, на вязкость водного раствора полимера. В случае снижения вязкости водного раствора полимера добавки считаются несовместимыми и не рекомендуются к совместному применению.

Таким образом, на основании проведенных испытаний при проектировании рецептур тампонажных растворов, обладающих повышенной изолирующей способностью, в диапазоне нормальных температур (до 60-65 °С) рекомендуются к применению блокирующие агенты на основе АМПС мономеров III группы: базовой мономер на основе 2-акриламидо-2-метилпропансульфокислоты полимеризуют с N,N-диэтилакриламидом. Данный тип добавок обладает слабо выраженным замедляющим эффектом, при этом отмечена совместимость полимера с неорганическими солями и минеральными расширяющими добавками, применяемыми в рецептурах тампонажных растворов. При статических температурах выше 70-80 °С в качестве блокирующего полимера рекомендуется стирол-бутадиеновый латекс.

**Пятая глава** посвящена разработке рекомендаций к проектированию многокомпонентных смесей, обладающих повышенной изолирующей способностью.

При проектировании рецептур цементных растворов, обладающих повышенной изолирующей способностью, в качестве наполнителей применялись материалы близкие по составу цементу (минеральные добавки на основе оксида кремния). В таком случае удастся добиться максимального контакта цементного зерна с поверхностью наполнителя. В качестве наполнителей исследовались: кварцевый песок, алюмосиликатная полая микросфера, микрокремнезем уплотненный.

Известно, что случайная упаковка равных сфер имеет плотность упаковки (ПУ) около 64%. Для удобства и простоты расчетов, ориентируясь на значения ПУ для одно-, двух- и трехкомпонентных систем, были рекомендованы следующие концентрации наполнителей в составе сухой смеси: крупный наполнитель (средний размер частиц 100-300 мкм) – 50-60% (по объему сухой смеси); средний наполнитель (средний размер частиц 25-50 мкм) – 30-40% (по объему сухой смеси); мелкий наполнитель (средний размер частиц меньше 10 мкм) – 5-15% (по объему сухой смеси). При проведении исследований подвижность цементного раствора регулировали путем изменения концентраций наполнителей в составе сухой смеси, что позволило отказаться от применения пластификаторов из-за их замедляющего влияния на сроки загустевания цементного раствора.

Испытания по оценке влияния наполнителей на характер сцепления формирующегося цементного камня с внешней и внутренней ограничивающими поверхностями в переходном периоде времени показали, что с увеличением содержания твердой фазы в объеме суспензии величина привески скелета цементного раствора на поверхность твердого тела, находящегося внутри раствора, и скорость роста привески на 3 и 4 выделенных интервалах времени уменьшаются, что может говорить о лучшей связи формирующегося цементного камня с поверхностью твердого тела и вмещающего стакана при статической температуре 25 °С. Отмечено, что при увеличении статической температуры до 60 °С эффект от применения многокомпонентных смесей не выражен, что может быть связано с более активным развитием вакуума в межзерновом пространстве при гидратации вяжущего материала.

Были проведены испытания, направленные на изучение способности цементного теста с минеральными добавками сопротивляться проникновению свободной жидкости на этапе развития вакуума в межзерновом пространстве и сохранять контакт с поверхностью твердого тела при моделировании столба свободной жидкости над цементной суспензией. Результаты показали, как и в случае испытаний без наполнителей, так и при наличии группы наполнителей свободная жидкость поступает в структуру формирующегося камня, что

говорит о невозможности применять многокомпонентные смеси без полимерных блокирующих добавок для недопущения миграции пластового флюида в период ожидания затвердевания цемента (ОЗЦ).

При применении многокомпонентных смесей с водорастворимыми полимерами на основе АМПС мономеров отмечен меньший привесок скелета цементного раствора на стержень в сравнении с базовым однокомпонентным составом с блокирующим агентом, что может говорить о лучшем контакте формирующегося камня с внешней и внутренней ограничивающими поверхностями.

При применении рецептуры тампонажного раствора плотностью  $1900 \text{ кг/м}^3$ , состоящей из 38,5% ПЦТ-I-G, 55% кварцевого песка (100-300 мкм), 6,5% микрокремнезема уплотненного (концентрации по объему сухой смеси) и 0,8% АМПС, разработанной с учетом ранее указанных концентраций компонентов, отмечен наименьший привесок скелета цементного раствора на поверхность твердого тела. Интенсивность фильтрации при испытании указанной рецептуры (статическая температура  $60^\circ\text{C}$ , давление на входе в рабочий цилиндр 0,34 МПа) изменялась от  $C_1=0,03 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$  в начале испытания до  $C_2=0,18 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ , что является лучшим результатом среди исследуемых в рамках диссертации составов на указанном режиме испытаний. При увеличении давления на входе в рабочий цилиндр с 0,34 МПа до 0,69 МПа интенсивность фильтрации на установившемся режиме увеличилась до  $0,28 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ , при дальнейшем увеличении давления до 1,38 МПа интенсивность фильтрации на установившемся режиме была равна  $0,20 \text{ м}^3/(\text{ч}\cdot\text{МПа}^2)$ .

Проведена серия испытаний по оценке влияния минеральных расширяющих добавок (РД) на способность формирующегося цементного камня сопротивляться проникновению флюида через структуру формирующегося камня и по контакту с ограничивающей поверхностью.

Показано, что при применении РД как совместно с водорастворимыми полимерами на основе АМПС мономеров, так и без них интенсивность фильтрации в критический момент времени не достигает меньших значений в сравнении со смесями без РД. В позднем периоде времени отмечено более быстрое снижение величины интенсивности фильтрации для смесей, в составе которых присутствует РД, что может быть связано с компенсацией уменьшения объема цементного теста на этапе развития вакуума в межзерновом пространстве, в результате чего повышается герметичность на контакте с ограничивающей поверхностью.

При применении минеральных РД с водорастворимыми полимерами на основе АМПС, ГЭЦ и ПВС наблюдается значительно меньшее расширение формирующегося цементного камня в сравнении со смесями без применения перечисленных полимеров. Показано, что как при концентрации минеральной РД 2,5% по весу сухой смеси (пвсс), так и при концентрации добавки 5% (пвсс), при наличии в составе сухой смеси блокирующего агента на основе АМПС мономеров (0,8% пвсс) линейное расширение образцов балочек не превышает 3% при формировании цементного камня в течение 24 часов при статической температуре 60 °С. При отсутствии блокирующего агента линейное расширение достигало 6% при концентрации расширяющей добавки 2,5%(пвсс) и 13% при концентрации РД 5%(пвсс).

На основании проведенных испытаний были разработаны следующие рекомендации к проектированию многокомпонентных смесей, обладающих повышенной изолирующей способностью.

1. С целью снижения проницаемости структуры формирующегося цементного камня необходимо стремиться к увеличению содержания твердой фазы в объеме цементного раствора за счет применения наполнителей различного фракционного состава.

2. Рекомендуются следующие концентрации наполнителей: мелкий наполнитель (0,1-1мкм) 5-15% по объему сухой смеси, средний наполнитель (5-40 мкм) 30-40% по объему сухой смеси, крупный наполнитель (100-300 мкм) 50-60% по объему сухой смеси.

3. Для увеличения сцепления зерен цемента с наполнителем рекомендуются к применению минеральные добавки на основе оксидов кальция, магния, кремния, алюминия.

4. В качестве крупного наполнителя рекомендуется к применению кварцевый песок фракцией 100-300 мкм. При большей фракции наблюдается ослабление связей в структуре формирующегося цементного камня.

5. Подвижность цементного раствора рекомендуется регулировать концентрацией компонентов дисперсной фазы в названных диапазонах, что позволяет убрать эффект замедления от применения пластификаторов.

### **ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕКОМЕНДАЦИИ**

1. Установлено, что изолирующая способность цементных суспензий при их агрегатном переходе в твердое состояние зависит от: 1) проницаемости формирующейся структуры камня, определяемой содержанием твердой фазы в суспензии, и вязкости жидкости затворения; 2) герметичности и прочности контакта формирующегося цементного камня с ограничивающей поверхностью; 3) скорости гидратации вяжущего материала.

2. Разработана двухэтапная методика оценки изолирующей способности цементных суспензий. На первом этапе с помощью метода гидростатического взвешивания определяется момент времени, при котором наблюдается максимальная разгрузка формирующегося камня на поверхность стержня, находящегося в цементной суспензии. На втором этапе определяется максимальная интенсивность фильтрации газа через формирующуюся структуру цементного камня и по контакту с ограничивающей поверхностью в найденный на первом этапе момент времени при фиксированном давлении на входе в рабочий цилиндр.

3. Экспериментальные исследования показали, что:

– при применении жидкого латекса формирующийся цементный камень обладает лучшими адгезионными свойствами в переходном периоде времени в сравнении с образцами на основе ГЭЦ, АМПС мономеров и ПВА;

– при применении группы полимеров на основе АМПС мономеров в диапазоне нормальных температур (до 60-65 °С) формирующийся цементный камень обладает лучшими изолирующими свойствами в сравнении с образцами на основе жидкого латекса, ГЭЦ и ПВА; в диапазоне умеренных температур (выше 70-80 °С) лучшие изолирующие свойства были достигнуты при применении стирол-бутадиенового латекса;

– при применении цементных суспензий с повышенным содержанием твердой фазы (SVF>50%) совместно с водорастворимыми полимерами на основе АМПС мономеров адгезионные и изолирующие свойства последних в переходном периоде времени повышаются;

– минеральные расширяющие добавки повышают изолирующую способность формирующегося камня на более позднем этапе ОЗЦ, компенсируя уменьшение объема цементного теста, в результате чего повышается герметичность на контакте с ограничивающей поверхностью.

## **СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**

*Статьи в журналах, входящих в перечень ВАК Минобрнауки РФ.*

1. Шуть, К.Ф. Эффективность понизителей фильтрации на основе акриламидных мономеров в облегченных тампонажных растворах/ К.Ф. Шуть, **В.А. Храбров** // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и море. - 2019. - №3. – С. 40-45.

2. Шуть, К.Ф. Эффективность понизителей фильтрации на основе акриламидных мономеров в тампонажных растворах нормальной плотности/ К.Ф. Шуть, **В.А. Храбров** // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и море. - 2019. - №8. – С. 22-26.

3. Шуть, К.Ф. О методах определения тампонирующей способности цементных растворов/ К.Ф. Шуть, **В.А. Храбров** // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и море. - 2021. - №3. – С. 28-33.

4. **Храбров, В.А.** Влияние компонентного состава сухих смесей на тампонирующую способность формирующегося цементного камня/ В.А. Храбров, К.Ф. Шуть // Вестник ассоциации буровых подрядчиков. – 2021 - №4 – С. 33-38.

5. **Храбров, В.А.** Новый подход для определения тампонирующей способности формирующегося цементного камня/ В.А. Храбров, К.Ф. Шуть // Деловой журнал Neftegaz.RU. – 2022 - №1. – С56-60.

6. **Храбров, В.А.** Эффективность минеральных расширяющих добавок в качестве блокаторов поступления пластового флюида на раннем этапе формирования цементного камня / В.А. Храбров, К.Ф. Шуть // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и море. – 2022 - №3 – С. 35-41.

***Прочие публикации.***

7. Шуть, К.Ф. Изучение характера изменения массы твердого тела в формирующемся цементном камне/ К.Ф. Шуть, **В.А. Храбров** // Сборник статей V международной научно-практической конференции «Булатовские чтения». - 2021. - Т.1. - С. 416-422.

8. **Храбров, В.А.** Повышение тампонирующей способности формирующегося цементного камня / В.А. Храбров // Научный альманах. - 2022. - №1-2(87) – С. 74-78.

9. **Храбров, В.А.** Анализ факторов, влияющих на характер изменения веса твердого тела, находящегося в формирующемся цементном камне / В.А. Храбров // Вестник научных конференций. - 2022. - №1-3(77) – С. 126-128.

10. **Храбров, В.А.** Определение совместимости добавок и материалов в составе тампонажной смеси с синтетическими полимерами на основе 2-акриламидо-2-метилпропансульфоновой кислоты / В.А. Храбров, К.Ф. Шуть// Сборник тезисов 76-й Международной молодежной научной конференции «Нефть и газ – 2022». - 2022. - Т.1. - С. 301-302.