

# Utjecaj povećanja udjela cementa umjesto dodavanja "Microblocka" na tlačnu čvrstoću cementnog kamena

---

**Kasunić, Lovro**

**Master's thesis / Diplomski rad**

**2020**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Zagreb, Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering / Sveučilište u Zagrebu, Rudarsko-geološko-naftni fakultet**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:169:755930>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2025-02-21**



*Repository / Repozitorij:*

[Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering Repository, University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
RUDARSKO-GEOLOŠKO-NAFTNI FAKULTET

Diplomski studij naftnog rudarstva

**UTJECAJ POVEĆANJA UDJELA CEMENTA UMJESTO  
DODAVANJA „MICROBLOCKA“ NA TLAČNU  
ČVRSTOĆU CEMENTNOG KAMENA**

Diplomski rad

Lovro Kasunić

N-294

Zagreb, 2020.

UTJECAJ POVEĆANJA UDJELA CEMENTA UMJESTO DODAVANJA  
„MICROBLOCKA“ NA TLAČNU ČVRSTOĆU CEMENTNOG KAMENA

Lovro Kasunić

Završni rad je izrađen: Sveučilište u Zagrebu

Rudarsko-geološko-naftni fakultet

Zavod za naftno inženjerstvo

Pierottijeva 6, 10 000 Zagreb

Sažetak

Uspješnost cementacije kolona zaštitnih cijevi ovisi o sastavu i svojstvima cementne kaše koja nastaje miješanjem portland cementa, aditiva i vode. Cementna kaša će kroz reakcije hidratacije s vremenom očvrnuti u cementni kamen odgovarajuće tlačne čvrstoće i odgovarajućih svojstava. U ovom radu opisani su: bušotinski cement, njegova svojstva, klase cementa, hidratacija cementne kaše i njeno očvršćavanje u cementni kamen, svojstva cementnog kamena te su prikazani rezultati laboratorijskih ispitivanja utjecaja dodatnog cementa na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena na temperaturi od 90 °C tijekom 72 sata. Rezultati ispitivanja su uspoređeni s rezultatima prethodnih ispitivanja s dodatkom „Microblocka“.

Ključne riječi: cementacija bušotina, cementna kaša, cementni kamen, tlačna čvrstoća

Diplomski rad sadrži: 62 stranice, 16 tablica, 31 sliku, 5 priloga i 19 referenci

Jezik izvornika: hrvatski

Završni rad pohranjen: knjižnica Rudarsko-geološko-naftnog fakulteta

Pierottijeva 6, 10 000 Zagreb

Mentor: Dr. sc. Nediljka Gaurina-Međimurec, redovita profesorica RGNf-a

Ocjenjivači: 1. Dr. sc. Nediljka Gaurina-Međimurec, redovita profesorica RGNf-a

2. Dr. sc. Zdenko Krištafor, redoviti profesor RGNf-a

3. Dr. sc. Borivoje Pašić, docent RGNf-a

Datum obrane: 17.01.2020., Rudarsko-geološko-naftni fakultet, Sveučilište u Zagrebu

University of Zagreb

Master's thesis

Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering

EFFECT OF CEMENT CONTENT INCREASE INSTEAD OF ADDING  
"MICROBLOCK" ON THE COMPRESSIVE STRENGTH OF SET CEMENT

Lovro Kasunić

Thesis completed at: University of Zagreb

Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering

Department of Petroleum Engineering

Pierottijeva 6, 10 000 Zagreb

Abstract

Cementation of casing string depends on composition and properties of cement slurry made by mixing portland cement, additives and water. Cement slurry, through reactions of hydration, hardens into set cement that has to be of sufficient strength and of appropriate properties. This thesis describes the properties of cement, well cement classes, hydration of cement slurry and the hardening of cement slurry into set cement and shows the results of laboratory testing on the impact of added cement on properties of cement slurry and compressive strength of set cement at the temperature of 90 °C during the period of 72 hours. The results of this testing are compared to the results of previous tests with added „Microblock“.

Key words: well cementnig, cement slurry, set cement, compressive strength

Thesis contains: 62 pages, 16 tables, 31 figures, 5 appendixes and 19 references

Original in: Croatian

Thesis deposited at: The Library of Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering

Pierottijeva 6, 10 000 Zagreb

Mentor: Full professor Nediljka Gaurina-Međimurec, PhD

Rewiewers: Full Professor Nediljka Gaurina-Međimurec, PhD

Full Professor Zdenko Krištafor, PhD

Assistant Professor Borivoje Pašić, PhD

Date of defense: 17<sup>th</sup> January 2020, Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering, University of Zagreb



## SADRŽAJ

POPIS TABLICA .....	I
POPIS SLIKA .....	II
POPIS PRILOGA .....	IV
POPIS KORIŠTENIH OZNAKA I JEDINICA .....	V
1. UVOD .....	1
2. BUŠOTINSKI CEMENT .....	3
2.1. Svojstva portland cementa .....	4
2.2. API klase cementa .....	4
3. HIDRATACIJA CEMENTNE KAŠE I OČVRŠĆAVANJE CEMENTNOG KAMENA .....	6
3.1. Brzina hidratacije .....	7
3.2. Tlačna čvrstoća cementnog kamena .....	9
3.3. Propusnost cementnog kamena .....	11
3.4. Otpornost cementnog kamena na djelovanje sulfata .....	12
4. PRETHODNA ISTRAŽIVANJA .....	14
5. LABORATORIJSKA ISPITIVANJA .....	25
5.1. Gustoća cementne kaše .....	28
5.2. Reološka svojstva cementne kaše .....	29
5.3. Vrijeme zgušćivanja .....	33
5.4. Filtracija cementne kaše .....	36
5.5. Izdvajanje slobodne vode .....	37
5.6. Tlačna čvrstoća .....	38
5.7. Usporedba rezultata ispitivanja utjecaja dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s rezultatima prethodnih istraživanja .....	42
6. ZAKLJUČAK .....	53
7. POPIS LITERATURE .....	55

## POPIS TABLICA

Tablica 2-1. Tipičan sastav API klasa cementa i finoća mliva .....	5
Tablica 4-1. Sastava cementnih kaša .....	18
Tablica 4-2. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena .....	19
Tablica 4-3. Sastav ispitivanih cementnih kaša .....	21
Tablica 4-4. Razvoj tlačne čvrstoće .....	21
Tablica 4-5. Sastav ispitivanih kaša .....	22
Tablica 4-6. Usporedba rezultata ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena .....	23
Tablica 5-1. Sastav ispitivanih cementnih kaša .....	26
Tablica 5-2. Vrijednosti gustoće ispitivanih cementnih kaša .....	29
Tablica 5-3. Očitane vrijednosti smičnog naprezanja ispitivanih cementnih kaša .....	31
Tablica 5-4. Izračunate vrijednosti smičnog naprezanja ispitivanih cementnih kaša .....	31
Tablica 5-5. Srednje vrijednosti smičnih naprezanja ispitivanih cementnih kaša .....	32
Tablica 5-6. Vrijednosti konzistencije u ovisnosti o udjelu dodatnog cementa mjereno u atmosferskom konzistometru .....	35
Tablica 5-7. Količina slobodne vode u ovisnosti udjelu dodatnog cementa .....	38
Tablica 5-8. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena .....	40
Tablica 5-9. Prikaz naziva korištenih u ovom radu uz kratak opis razlika u ispitivanjima.....	43

## POPIS SLIKA

Slika 3-1. Napredak procesa hidratacije minerala klinkera portland cementa (PC) pri sobnoj temperaturi .....	8
Slika 3-2. a) OFITE Compressive Strength Tester – Manual; b) Compressive Strength Tester – Automatic .....	9
Slika 3-3. Autoklav – komora za stvrdnjavanje .....	10
Slika 3-4. Ultrazvučni analizator (UCA) .....	10
Slika 3-5. Uređaj za mjerenja propusnosti cementnog kamena .....	12
Slika 4-1. Ponašanje tlačne čvrstoće i propusnosti cementnog kamena pri temperaturi od 230 °C prema Nelsonu (1990) .....	15
Slika 4-2. Tlačna čvrstoća i propusnost cementnog kamena klase G s dodatkom 35% kvarca prema Nelsonu .....	15
Slika 4-3. Usporedba razvoja tlačnih čvrstoća cementnog kamena .....	17
Slika 4-4. Utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena pri temperaturi od 90 °C i tlaku 35 MPa .....	24
Slika 5-1. a) Miješalica cementne kaše upotrebljavana u radu i b) Model 20 Constant Speed Mixer .....	25
Slika 5-2. Korištena vaga za isplaku .....	28
Slika 5-3. Ovisnost gustoće cementnih kaša o udjelu dodatnog cementa .....	28
Slika 5-4. Viskozimetar kompanije OFITE Model 800.....	29
Slika 5-5. Dijagram smičnih naprezanja pri temperaturi od 23 °C.....	32
Slika 5-6. Dijagram smičnih naprezanja pri temperaturi od 88 °C .....	33
Slika 5-7. Atmosferski konzistometar .....	34
Slika 5-8. Utjecaj dodatnog cementa na promjenu konzistencije cementne kaše s vremenom mjereno u atmosferskom konzistometru .....	35
Slika 5-9. Količina izdvojene slobodna vode u ovisnosti o udjelu dodatnog cementa.....	38
Slika 5-10. Ultrazvučni analizator (UCA) korišten u radu .....	39
Slika 5-11. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu dodatnog cementa na temperaturi od 90 °C.....	40
Slika 5-12. Utjecaj dodatnog cementa na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću 3,5 MPa na temperaturi od 90 °C .....	41
Slika 5-13. Utjecaj dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena i na vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa .....	42



Slika 5-14. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 10% „Microblocka“ i 4,74% dodatnog cementa pri 90 °C .....	44
Slika 5-15. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 20% „Microblocka“ i 9,48% dodatnog cementa pri 90 °C .....	45
Slika 5-16. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 30% „Microblocka“ i 14,22% dodatnog cementa pri 90 °C .....	46
Slika 5-17. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 40% „Microblocka“ i 18,96% dodatnog cementa pri 90 °C .....	47
Slika 5-18. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 10% „Microblocka“ i 4,74% dodatnog cementa pri 90 °C .....	48
Slika 5-19. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 20% „Microblocka“ i 9,48% dodatnog cementa pri 90 °C. ....	49
Slika 5-20. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 30% „Microblocka“ i 14,22 % dodatnog cementa pri 90 °C. ....	49
Slika 5-21. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 40% „Microblocka“ i 18,96 % dodatnog cementa pri 90 °C. ....	51
Slika 5-22. Usporedba vrijednosti postignute tlačne čvrstoće nakon 72 h te vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa .....	51

## POPIS PRILOGA

Prilog 1. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatnog cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata .....	57
Prilog 2. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 4,74% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata .....	58
Prilog 3. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 9,48% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata.....	59
Prilog 4. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 14,22% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata .....	60
Prilog 5. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 18,96% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata .....	61

## POPIS KORIŠTENIH OZNAKA I PRIPADAJUĆIH SI JEDINICA

Oznaka	Jedinica	Opis
A	m <sup>2</sup>	Površina poprečnog presjeka uzorka
BWOC	%	Na masu cementa ( <i>engl. By Weight of Cement</i> )
$\Delta P$	Pa	Razlika tlaka
HSR <i>Resistance</i> )		Visoko sulfatno otporan cement ( <i>engl. High Sulfate</i>
k	m <sup>2</sup>	Propusnost uzorka cementnog kamena
$\mu$	Pa·s	Viskoznost vode
Q	m <sup>3</sup> /s	Protok vode kroz uzorak

## POPIS KORIŠTENIH KRATICA

UCA	Ultrazvučni analizator ( <i>engl. Ultrasonic Cement Analyzer</i> )
Uc	Jedinica konzistencije
WOC	Čekanje na nastavak radova ( <i>engl. Wait on cement</i> )
BHST <i>Temperature</i> )	Temperatura na dnu bušotine ( <i>engl. Bottom Hole Static</i>

## 1. UVOD

Proces izrade kanala bušotine sastoji se od bušenja određenih intervala do dubine određene rudarskim projektom. Nakon bušenja određenog intervala slijedi ugradnja zaštitnih cijevi te njihova cementacija čime se izolira prethodno izbušeni kanal bušotine i omogućuje nastavak bušenja dlijetom manjeg promjera. Cementiranje zaštitnih cijevi je naročito bitno jer otvoreni kanal bušotine može biti vrlo nestabilan te može uzrokovati različite probleme. Jako puno vremena, truda i novaca se ulaže kako bi se uklonili problemi i štetne posljedice koje mogu nastati u otvorenom kanalu bušotine te se naftna industrija bori s tim problemima od svojeg postanka. Usprkos svim uložnim naporima učestali su problemi prilikom izrade kanala bušotine te tijekom cementacije zaštitnih cijevi. Jedan od najvećih problema koji može nastati ako cementacija nije provedena na odgovarajući način je erupcija koja u najgorem slučaju može završiti i sa smrtnim posljedicama.

Svaki proces cementacije je drugačiji jer je svaki izrađeni kanal bušotine drugačiji te je potrebno dobro poznavati formacije kroz koje se buši, dubinu i uvjete unutar bušotine kako bi se odabrala odgovarajuća cementna kaša za tu bušotinu, a sve u cilju smanjenja problema prilikom obavljanja procesa cementacije.

Nakon što se bušotina cementira do određene dubine potrebno je pričekati određeno vrijeme koje je potrebno da cementna kaša otvrdne u cementni kamen odgovarajuće čvrstoće kako bi se proces bušenja mogao nastaviti bez problema. Minimalna potrebna čvrstoća cementnog kamena koja omogućuje nastavak radova iznosi 3,45 MPa (Gaurina-Međimurec, 2017). Minimalna tlačna čvrstoća koju cementni kamen mora postići tijekom životnog vijeka bušotine mora biti 6,9 MPa.

U ovom radu opisani su: bušotinski cement i njegova svojstva, hidratacija cementne kaše i njeno očvršćavanje u cementni kamen, svojstva cementnog kamena, prethodna istraživanja u tom području te su prikazani rezultati laboratorijskih ispitivanja utjecaja povećanog udjela cementa na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena.

Cilj ovog diplomskog rada je bio utvrditi utjecaj dodavanja povećanog udjela cementa u cementnu kašu (4,74%, 9,48%, 14,22% i 18,96% na masu osnovne količine cementa) na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena kroz vrijeme ispitivanja od 3 dana (72 sata) u odnosu na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena koji ne sadrži dodatni cement („čista“

kaša), te dobivene rezultate usporediti s rezultatima ispitivanja utjecaja aditiva „Microblock“ (10%, 20%, 30% i 40% na masu cementa) koja su prikazali Matej Šeb (2018) i Anel Čajić (2014) u svojim diplomskim radovima, te Gaurina-Međimurec sa suradnicima u članku „Effect of Microblock on the Compressive Strength of Portland Cement at Elevated Temperatures“ (2017).

## 2. BUŠOTINSKI CEMENT

Glavni sastojci svih cementnih kaša su bušotinski cement i voda. Osnovna komponenta bušotinskog cementa je najčešće portland cement, koji predstavlja smjesu usitnjenih minerala određenog mineraloškog sastava. Sirovina za proizvodnju portland cementa sastoji se od najmanje dvije komponente, vapnenca i gline, pritom je poželjno da njihov omjer bude 3:1. Vapnenac je bazična komponenta i sadrži CaO, dok je glina kisela komponenta i sadrži SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Gaurina-Međimurec, 2017).

Do kemijske reakcije između vapna i gline dolazi žarenjem pripremljene smjese do temperature sinteriranja koja iznosi između 1400 °C i 1450 °C. Pri toj temperaturi se stvara čvrsti proizvod – klinker, koji ima osnovna svojstva cementa. Potom se klinker melje i pritom mu se dodaje od 3 do 6% gipsa za reguliranje vremena vezivanja i povećanje tlačne čvrstoće te od 10 do 15% mineralnih dodataka.

Kemijskim reakcijama vapna s oksidima gline nastaju minerali klinkera, od kojih su najvažniji: alit (trikalcijev silikat, C<sub>3</sub>S), belit (dikalcijev silikat, C<sub>2</sub>S koji ima tri modifikacije: α, β i γ), celit (tetrakalcijev aluminatferit, C<sub>4</sub>AF) te trikalcijev aluminat (C<sub>3</sub>A).

Osim tih minerala, klinker također sadrži i staklastu masu u količinama od 5 do 12% koja sadrži nekristalizirane ferite, aluminate, dikalcijev silikat i druge.

Alit je glavna komponenta u cementu te se nalazi u količinama od 37 do 60%. Odgovoran je za razvoj početne čvrstoće te je glavni nosilac čvrstoće cementnog kamena tijekom njegovog očvršćavanja, naročito u prvih 28 dana očvršćavanja.

Belit se nalazi u količinama od 15 do 37 %. Belit sporo hidratira te je tako odgovoran za postepen razvoj čvrstoće i osigurava čvrstoću cementnog kamena kroz dulje vrijeme.

Celit hidratira uz malo oslobađenje temperature te daje boju cementu. U cementu se nalazi u količinama od 10 do 18 %.

Trikalcijev aluminat ubrzava hidrataciju cementa te daje početnu čvrstoću cementnom kamenu u roku 24 h. Međutim, on čini cementni kamen osjetljivim na sulfatnu agresiju. U cementu se nalazi u količinama od 5 do 15 % (Gaurina-Međimurec, 2017). Visoko sulfatno

otporni tip portland cementa (*engl. High-Sulphate Resistant Cement– HSR*) ne smije sadržavati više od 3 % C<sub>3</sub>A.

## **2.1. Svojstva portland cementa**

Najvažnija svojstva portland cementa su: gustoća, nasipna masa i finoća mliva.

Gustoća portland cementa iznosi između 3050 i 3150 kg/m<sup>3</sup>. Prema gustoći može se zaključiti sadrži li cement olakšavajuće ili otežavajuće komponente.

Nasipna masa mijenja se u granicama od 0,9 do 1,1 kg/l za rahlo stanje i od 1,4 do 1,7 kg/l za zbijeno stanje. Ovo svojstvo portland cementa je bitno kod izgradnje skladišnog prostora.

Finoća mliva je svojstvo portland cementa koje predstavlja ukupnu površinu čestica cementa sadržanih u 1 g cementa, a izražava se u cm<sup>2</sup>/g ili m<sup>2</sup>/g. Budući da se na površini cementnih čestica odvijaju reakcije s vodom, o veličini specifične površine ovisi brzina procesa hidratacije. S povećanjem finoće mliva ubrzava se proces hidratacije, a samim tim se ubrzava oslobađanje topline i razvoj čvrstoće pa će vrlo vjerojatno biti potrebne dodatne količine vode, dispergatora ili usporivača kako bi se smanjilo oslobađanje topline te usporio razvoj čvrstoće.

Hidratacija je proces koji se odvija uz oslobađanje topline. Na brzinu oslobađanja topline najviše utječe kemijsko-mineraloški sastav cementne kaše, dok u manjoj mjeri utječu finoća mliva, uvjeti skladištenja, vrijeme i slično. S porastom tlaka i temperature ubrzava se proces hidratacije. Bitno je napomenuti da se hidratacijom u prstenastom prostoru povećava temperatura, što je bitno jer se mjerenjem temperature nakon cementacije može utvrditi dubina vrha cementnog kamena i moguća proširenja kanala bušotine. U tim područjima će se registrirati veća temperatura (Gaurina-Međimurec, 2017).

## **2.2. API klase cementa**

API odbor za standardizaciju bušotinskih cementa publicirao je "API Spec 10" – specifikaciju za cimente i materijale za cementiranje bušotina. Uz to, publicirali su i "API RP 10B" – preporučenu praksu za ispitivanje bušotinskih cementa. Ova dva dokumenta obuhvaćaju: cimente, materijale koji se dodaju cementu, način uzimanja uzoraka cementa, način pripreme cementne kaše, postupke pri određivanju svojstava cementne kaše i

cementnog kamena, instrumente potrebne za određivanje svojstava cementne kaše i cementnog kamena. Bušotinski cementi svrstani su u osam klasa: A, B, C, D, E, F, G i H. Nekada je postojala i klasa J, ali je ona zamijenjena sa cementima klase G i H uz dodatak kvarca. Unutar pojedine klase postoje tipovi ovisno o otpornosti cementa prema djelovanju sulfata.

Cementi klase G i H su osnovni cementi koji ne sadrže nikakve aditive u sebi, ali su kompatibilni s ubrzivačima i usporivačima za cijeli raspon API uvjeta te se mogu koristiti u svakoj cementaciji. Zbog ovoga se u praksi najčešće koriste te dvije klase cementa.

U tablici 2-1. prikazan je tipičan sastav API klasa cementa i njihova finoća mliva.

Tablica 2-1. Tipičan sastav API klasa cementa i finoća mliva (Smith, 1976)

CEMENT (API klasa)	Udjel pojedinog minerala klinkera (%)					FINOĆA (cm <sup>2</sup> /g)
	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaSO <sub>4</sub>	
<b>A</b>	53	24	8	8	3,5	1600-1900
<b>B</b>	47	32	3	12	2,9	1500-1900
<b>C</b>	58	16	8	8	4,1	2000-2400
<b>D, E, F</b>	26	54	2	12	3	1200-1500
<b>G</b>	52	32	3	12	3,2	1400-1600
<b>H</b>	52	32	3	12	3,3	1200-1400



### 3. HIDRATACIJA CEMENTNE KAŠE I OČVRŠĆAVANJE CEMENTNOG KAMENA

Cementacija kolone zaštitnih cijevi izvodi se protiskivanjem cementne kaše kroz bušaće šipke ili kroz kolonu u prstenasti prostor između vanjske stijenke zaštitnih cijevi i stijenke kanala bušotine. Da bi cementiranje bilo uspješno, cementna kaša treba posjedovati svojstva koja će omogućiti (Gaurina-Međimurec, 2017):

- uspješno protiskivanje kroz kolonu zaštitnih cijevi i podizanje prstenastim prostorom na željenu visinu s raspoloživom opremom kroz vrijeme od dva i pol do tri sata;
- brzo očvršćavanje u cementni kamen potrebne tlačne čvrstoće za nastavak radova od minimalno 3,45 MPa (500 psi), te
- postojanost cementnog kamena kroz dulje razdoblje kako bi bili mogući daljnji radovi.

Cementna kaša kroz proces hidratacije očvršćava u cementni kamen koji mora osigurati:

- odgovarajuće učvršćenje zaštitnih cijevi;
- izolaciju probušenih naslaga stijena, te
- sprječavanje međuzonalne komunikacije tijekom proizvodnog vijeka bušotine.

Hidratacija portland cementa je reakcija minerala klinkera s vodom. Minerali klinkera sami po sebi ne sadrže vodu. Za vrijeme hidratacije portland cementa dolazi do razaranja kristalne rešetke minerala klinkera te dolazi do stvaranja hidrata i hidroksida. Posljedica hidratacije portland cementa je očvršćavanje, odnosno prijelaz iz cementne kaše u cementni kamen. Hidratacija započinje kontaktom cementa s vodom prilikom čega se oslobađa toplina.

Konačni cilj dizajniranja cementne kaše je taj da se skрати vrijeme čekanja na stvrdnjavanje. Pri tome tlačna čvrstoća cementnog kamena mora iznositi minimalno 6,9 MPa, a propusnost za vodu mora biti manja od  $10^{-4}$  m<sup>2</sup>. Cementni kamen treba biti otporan i na koroziju (Gurina-Međimurec, 2017).

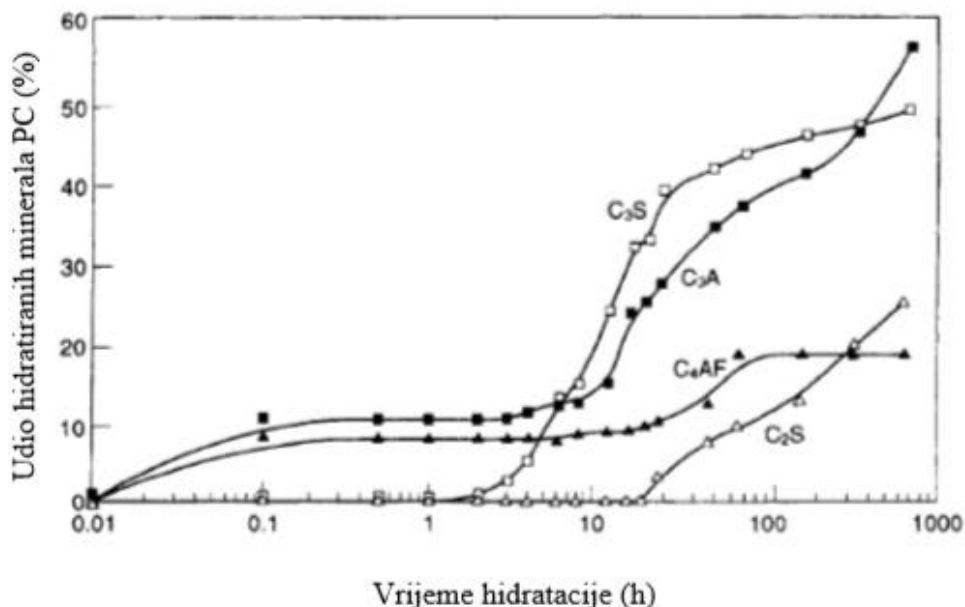
Na brzinu hidratacije kao i na tlačnu čvrstoću cementnog kamena utječu mnogi čimbenici, od kojih su najizraženiji (Hewlett, 2004):

- sastav cementa uz prisustvo nečistoća;
- veličina čestica cementa i specifična površina;
- vodocementni faktor;
- temperatura pri kojoj dolazi do očvršćavanja cementne kaše te
- prisustvo raznih kemijskih aditiva.

U početnom periodu očvršćavanja, rast čvrstoće cementnog kamena osigurava alit, a u kasnijem periodu belit. Pri korištenju cementa veće specifične površine, čvrstoća cementnog kamena brže raste jer se ubrzavaju reakcije hidrolize i hidratacije. Međutim, preveliko povećanje specifične površine cementa ne daje željene rezultate jer se u tom slučaju zahtijeva veća količina vode. Utjecaj aditiva na tlačnu čvrstoću cementnog kamena je takav da ubrzivači u većini slučajeva povećavaju početnu čvrstoću, dok usporivači smanjuju početnu čvrstoću. Glinoviti materijali i njihove suspenzije u vodi gotovo u svim slučajevima smanjuju čvrstoću cementnog kamena (Gaurina-Međimurec, 2017).

### **3.1. Brzina hidratacije**

Brzina hidratacije ovisi o sastavu portland cementa i mijenja se tijekom vremena. Na slici 3-1. vidi se napredak procesa hidratacije osnovnih minerala klinkera ovisno o proteklom vremenu.



Slika 3-1. Napredak procesa hidratacije minerala klinkera portland cementa (PC) pri sobnoj temperaturi (Hewlett, 2004)

Na slici je vidljivo da će nakon jednog sata najbrže hidratirati trikalcijev aluminat (C<sub>3</sub>A), dok u istom periodu alit (C<sub>3</sub>S) i belit (C<sub>2</sub>S) uopće ne počinju hidratirati. Alit počinje hidratirati nakon jednog sata, dok belit počne hidratirati nakon 10 sati. Nakon otprilike 700 sati, odnosno na kraju mjerenja, jasno je vidljivo da će trikalcijev aluminat imati najveći udio hidratiranih minerala, dok će najmanje hidratiranih minerala imati tetrakalcijev aluminatferit (C<sub>4</sub>AF). Unatoč tome što alit počinje hidratirati sat vremena nakon trikalcijevog aluminata, on postiže visoke vrijednosti hidratacije u vrlo kratkom roku nakon čega dolazi do usporavanja procesa hidratacije.

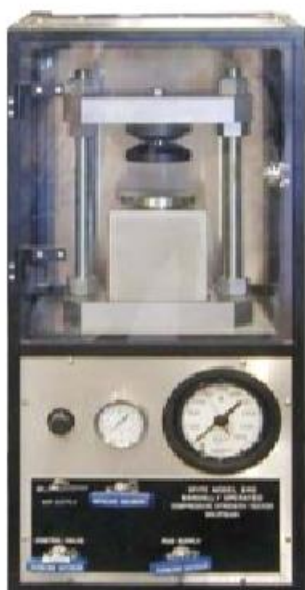
Na brzinu hidratacije utječe i finoća mliva, pogotovo ako je proces hidratacije kratak. Brzina hidratacije se povećava s povećanjem specifične površine čestica cementa. Usitnjavanje minerala klinkera može utjecati na reaktivnost cementa, odnosno na brzinu procesa hidratacije. Cement koji je nastao usitnjavanjem u visokotlačnom valjkastom mlinu hidratira brže od cementa koji je nastao usitnjavanjem u kuglastom mlinu. Razlog zbog kojeg dolazi do ove razlike je taj što cement koji nastaje u visokotlačnom mlinu ima veću reaktivnost trikalcij aluminata i trikalcij silikata (Gaurina-Međimurec, 2017)

Proces hidratacije ovisi i o temperaturi, odnosno što je temperatura viša, brzina hidratacije je veća. Na višim temperaturama, struktura hidratiranih minerala može biti drugačija u odnosu na niže temperature.

### 3.2. Tlačna čvrstoća cementnog kamena

Tlačna čvrstoća cementnog kamena ovisi o mnogo čimbenika, a u ovom radu će se najviše pratiti utjecaj temperature. Mnogi primjeri iz prakse prikazuju problem smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena na visokim temperaturama ( $>110\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Tlačna čvrstoća se definira kao maksimalno opterećenje pri kojem uzorak cementnog kamena puca. Za određivanje tlačne čvrstoće može se koristiti više uređaja. Jedan od tih uređaja je i hidraulička preša. Postoje dva tipa ovog uređaja: OFITE Compressive Strength Tester – Manual (Slika 3-2. a) i Compressive Strength Tester – Automatic (Slika 3-2. b). Testiranja se izvode na način da se primjeni sila na uzorak dok se uzorak ne razruši.



a)



b)

Slika 3-2. a) OFITE Compressive Strength Tester – Manual; b) Compressive Strength Tester – Automatic (OFI Testing Equipment, 2019 (a) i (b))

Prije samog testa, pripremljena cementna kaša ulijeva se u kalupe veličine  $5,08 \times 5,08 \times 5,08\text{ cm}$ , nakon čega se kalupi stavljaju u autoklav (Slika 3-3.) Nakon što je prošlo vrijeme za stvrdnjavanje kaše, uzorci se vade te se postavljaju na ploču hidrauličke preše gdje se tlače silom dok uzorak ne pukne. Na kraju se tlačna čvrstoća izračunava kao omjer primjenjene sile i površine na koju je ta sila djelovala.



Slika 3-3. Autoklav – komora za stvrđnjavanje (OFI Testing Equipment, 2019 (c))

Pored ove metode koja je destruktivna te koja omogućuje dobivanje podataka o tlačnoj čvrstoći cementnog kamena nakon točno određenog perioda očvršćavanja (npr. 1, 2 ili 3 dana), postoji i nedestruktivna metoda koja omogućuje dobivanje podataka o razvoju tlačne čvrstoće tijekom kompletnog perioda očvršćavanja. U tom slučaju koristi se ultrazvučni analizator pomoću kojeg su obavljena ispitivanja u ovom diplomskom radu (Slika 3-4.).



Slika 3-4. Ultrazvučni analizator (UCA – engl. Ultrasonic Cement Analyzer) (OFI Testing Equipment, 2019 (d))

### 3.3. Propusnost cementnog kamena

Propusnost cementnog kamena se definira kao otpor prodiranju fluida kroz cementni kamen u prstenastom prostoru kanala bušotine. Primarna funkcija cementnog kamena je sprječavanje migracije fluida u prstenasti prostor i dalje prema površini, stoga cementni kamen mora imati malu propusnost.

Propusnost cementnog kamena se smanjuje s povećanjem temperature (do 93 °C) i vremena očvršćavanja. Pri većim temperaturama propusnost se povećava ukoliko u cementnu kašu nije dodan kvarc (Gaurina-Međimurec, 2017). Za mjerenje propusnosti uzoraka cementnog kamena na vodu i plin koristi se permeametar.

Uzorci cementnog kamena su promjera 25,4 mm (1") i duljine 25,4 mm (1"). Uzorak se priprema na način propisan API RP 10B i stavlja u rukavac permeametara. Kroz uzorak se protiskuje voda ili plin (dušik), uz konstantnu dobavu te se mjeri razlika tlaka na ulazu i izlazu iz uzorka (diferencijalni tlak) te protok kroz uzorak. Potom se izmjereni podaci uvrštavaju u Darcy-evu jednadžbu kako bi se izračunala propusnost cementnog kamena prema formuli (3-1):

$$k = \frac{Q \cdot \mu \cdot L}{A \cdot \Delta P}$$

(3-1)

gdje su:

$k$  = propusnost uzorka cementnog kamena ( $m^2$ )

$Q$  = protok vode kroz uzorak ( $m^3/s$ )

$\mu$  = viskoznost vode ( $Pa \cdot s$ )

$A$  = površina poprečnog presjeka uzorka ( $m^2$ )

$\Delta P$  = razlika tlaka ( $Pa$ )

Na slici 3-5. prikazan je uređaj za mjerenje propusnosti cementnog kamena.



Slika 3-5. Uređaj za mjerenja propusnosti cementnog kamena (OFI Testing Equipment, 2019 (e))

### 3.4. Otpornost cementnog kamena na djelovanje sulfata

Izrazito bitno svojstvo cementnog kamena je i otpornost na djelovanje korozije. Slojne vode sadrže mnogo korozivnih spojeva, među kojima su najkorozivniji natrijev, kalcijev i magnezijev sulfat. Sulfati reagiraju s kalcijevim hidroksidom i hidratom kalcijeva aluminata iz čega nastaju spojevi kao što su gips i kalcijev sulfoaluminat. Oni imaju osjetno veći volumen od spojeva iz kojih su nastali pa zbog toga može doći čak i do razrušavanja cementnog kamena u najgorem slučaju.

Kao i u prethodno navedenim svojstvima, važnu ulogu ima temperatura. Sulfatna agresija izraženija je na temperaturama između 27 i 49 °C, dok kod temperatura iznad 200 °C postaje zanemariva (Gaurina-Međimurec, 2017).

Otpornost cementnog kamena prema djelovanju sulfatne agresije može se povećati (Gaurina-Međimurec, 2017):

- smanjenjem sadržaja trikalcijsva aluminata koji je visoko sulfatno otporna komponenta cementa (*engl. High Sulfate Resistance – HSR*), do 3% mase  $C_3A$ ;
- smanjenjem količine slobodnog vapna u cementu – posebno kada se u cementu nalaze pucolanski materijali koji reagiraju s vapnom stvarajući spojeve koji posjeduju cementirajuća svojstva, te
- dodavanjem dovoljne količine kalcijevog sulfata da se osigura formiranje kalcijevog sulfoaluminata iz  $C_3A$  prije vezanja cementne kaše.

Sve navedeno može pomoći u smanjenju opasnosti od sulfatne agresije, ali je ne može u potpunosti ukloniti.

Cementni kamen namijenjen cementiranju kolona zaštitnih cijevi u bušotinama za utiskivanje CO<sub>2</sub> mora biti otporan na CO<sub>2</sub> koroziju.



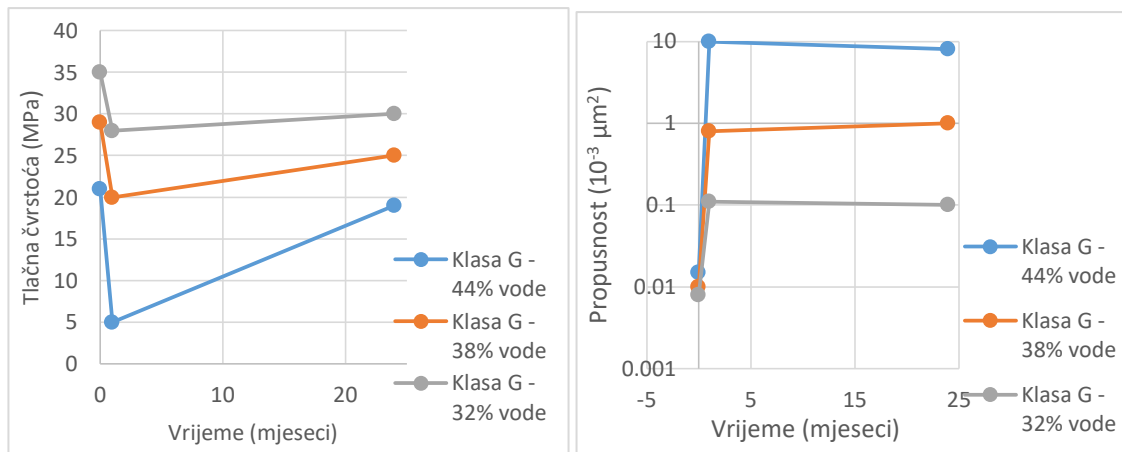
#### 4. PRETHODNA ISTRAŽIVNJA

U prošlosti su se mnogi bavili problematikom smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena u uvjetima visokih temperatura.

U radu koji su objavili 1954. godine, C. D. Saunders i W. A. Walker prikazali su rezultate ispitivanja koja su proveli u svrhu dokazivanja teze da će se tlačna čvrstoća cementnog kamena na bazi portland cementa smanjiti s porastom temperature. Tijekom ispitivanja uspjeli su samo smanjiti opadanje tlačne čvrstoće, ali ne i potpuno spriječiti. Sve do tada smatralo se da će se s povećanjem temperature povećavati i tlačna čvrstoća cementnog kamena.

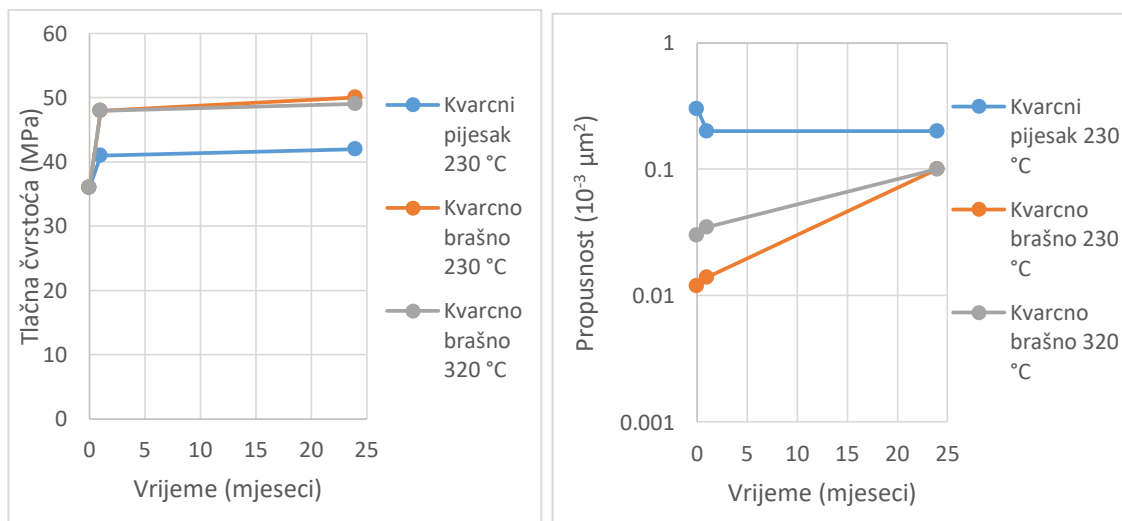
U knjizi objavljenoj 1990. godine, Nelson je ukazao na moguće poteškoće vezane uz fizikalna i kemijska svojstva stijene i cementnih kaša koje su u kontaktu s njima. Ukazao je na to da može doći do smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena i gubitka izolacije prstenastog prostora ako cementna kaša nije pažljivo dizajnirana. Pratio je kemijska svojstva cementne kaše na povišenim temperaturama te je dokazao da će na povišenim temperaturama kalcij silikat hidrat (C-S-H), koji je odgovoran za tlačnu čvrstoću i stabilnost cementnog kamena, biti podvrgnut metamorfozi, što dovodi do smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena. Ovaj fenomen, nazvan još i opadanje tlačne čvrstoće (*engl. strength retrogression*) prvi je objavio Swayze 1954. godine (Nelson, 1990).

Na temperaturama višim od 110 °C, C-S-H gel prelazi u alfa dikalcij silikat hidrat ( $\alpha$ -C<sub>2</sub>SH) te dolazi do sažimanja cementnog kamena, što dovodi do smanjenja njegove stabilnosti i tlačne čvrstoće. Iako tlačna čvrstoća drastično opada, još uvijek je dovoljna za nastavak radova. Zapravo, veći problema je porast propusnosti cementnog kamena što je vidljivo na slici 4-1.



Slika 4-1. Ponašanje tlačne čvrstoće i propusnosti cementnog kamena pri temperaturi od 230 °C (modificirano prema Nelson, 1990)

Dodavanjem 35-40% kvarca na masu cementa sprječava se prijelaz C-S-H gela u  $\alpha$ -C<sub>2</sub>SH čime će se sačuvati tlačna čvrstoća i mala propusnost kao što je prikazano na slici 4-2. Nelson je vršio ispitivanja koristeći cement klase G, vodu, 35% kvarca na masu cementa te je gustoća cementne kaše iznosila 1917 kg/m<sup>3</sup>.



Slika 4-2. Tlačna čvrstoća i propusnost cementnog kamena klase G s dodatkom 35% kvarca (modificirano prema Nelson, 1990)

Revil i suradnici 2007. godine objavili su rad u kojem su naveli rezultate svojih istraživanja u kojima su ispitivali utjecaj tekućeg aditiva pod nazivom „Microblock“. „Microblock“ je suspenzija kvarcnog praha čija je veličina čestica manja od 0,15 μm. Ispitivali su utjecaj „Microblocka“ na sprječavanje smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena. Autori su također ispitivali prednosti upotrebe tekućeg aditiva u odnosu na

kvarcni prah kod pripreme kaše na bušaćim platformama. Primjena „Microblocka“, osim u cementacijskim radovima naišla je na primjenu i u drugim djelatnostima iz područja naftnog rudarstva kao što su remontni radovi (Revil et al., 2007).

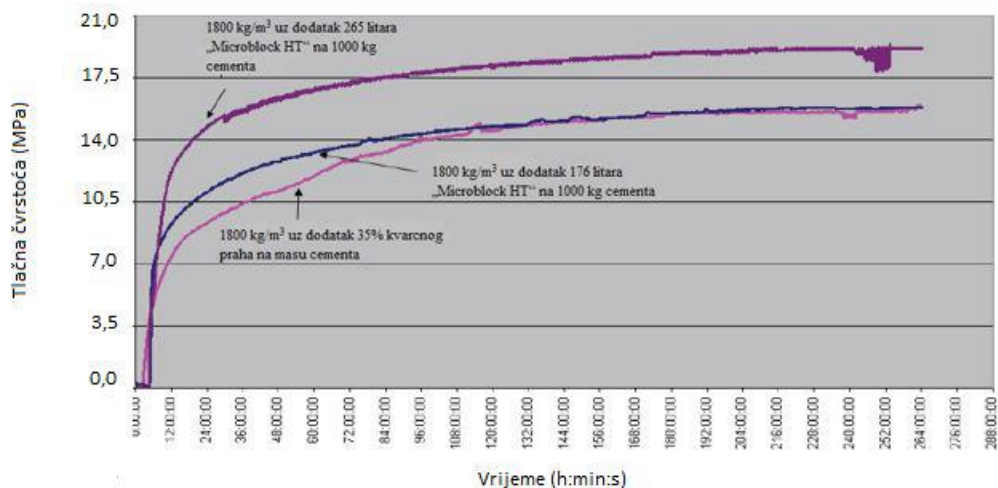
Praktičnu primjenu ovaj tekući aditiv doživio je pri cementiranju bušotina na norveškom dijelu Sjevernog mora. Aditiv koji se koristio kod pripreme cementne kaše bio je „Microblock HT“ koji se dodavao u količini od 35% kvarcnog praha na količinu cementa (Revil et al., 2007).

Rezultati ispitivanja pokazali su da nije došlo do smanjenja tlačne čvrstoće te se upotreba aditiva „Microblock HT“ pokazala uspješnom. Nakon prvotnog uspjeha ovaj aditiv je korišten i za neke druge radove gdje upotreba kvarcnog praha nije bila opravdana s ekonomskog ili nekog drugog stajališta.

Prednosti korištenja suspenzije kvarcnog praha opisala je Sarah Gibson u radu objavljenom 2011. godine, a neke od njih su:

1. eliminacija rizika od udisanja prašine kvarca i pratećih zdravstvenih poteškoća,
2. nema potrebe za čišćenjem spremnika,
3. kvalitetnije miješanje cementne kaše,
4. bolji uzorci za laboratorijsko ispitivanje,
5. neiskorišteni aditiv može se vratiti dobavljaču ili skladištiti do daljnje upotrebe,
6. suspenzija kvarcnog praha također sprječava migraciju plina prstenastim prostorom te poboljšava razvoj tlačne čvrstoće.

Kroz ipitivanja Gibson je uspoređivala utjecaj koncentracije kvarcnog praha na sprječavanje smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena, odnosno utjecaj količine aditiva „Microblock HT“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Na slici 4-3. je vidljiva razlika u tlačnoj čvrstoći između kaše s dodatkom 35% kvarcnog praha, kaše s dodatkom „Microblocka HT“ (265 l/1000 kg cementa) kako bi se postigao udjel od 35% suhog kvarcnog praha te kaše s dodatkom „Microblocka HT“ (176 l/1000 kg cementa) kako bi se postigao udjel od 23,3% suhog kvarcnog praha.



Slika 4-3. Usporedba razvoja tlačnih čvrstoća cementnog kamena (Gibson, 2011)

Vidljivo je da cementna kaša s dodatkom „Microblock HT“ u ekvivalentnoj vrijednosti kvarcnog praha od 23,3% ima tlačnu čvrstoću cementnog kamena nešto veću od tlačne čvrstoće cementnog kamena gdje je dodan suhi kvarcni prah. Najveću tlačnu čvrstoću postiže cementna kaša s dodatkom „Microblocka HT“ s ekvivalentnom vrijednosti kvarcnog praha od 35% (Gibson, 2011).

Anel Čajić je 2014. godine istraživao utjecaj „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Sastav cementnih kaša koje je koristio prikazan je u tablici 4-1, a značenje oznake ispitivanja prikazano je u tablici 5-9. Proveo je ispitivanja na 5 različitih kaša u kojima je varirao udio „Microblocka“ od 0% do 40% te dispergatora od 0% do 2% na masu cementa. Korišten je cement API klase G, dok je konačni vodocementni faktor cementne kaše bio konstantne vrijednosti 0,44 te je obuhvaćao i vodu iz „Microblocka“. Tlačnu čvrstoću ispitivao je pri tri različite temperature (90, 120 i 150 °C), no u ovom radu će se prikazati samo rezultati ispitivanja na 90 °C i usporediti s rezultatima ispitivanja provedenih u okviru ovog diplomskog rada.

Tablica 4-1. Sastav cementnih kaša (Čajić, 2014)

Ispitivanje		Aditivi			
		Cement	Voda	„Microblock“	Dispergator
<b>1-M0</b>	Masa (g)	793,8	349,27	-	-
	% na masu cementa	-	44	-	-
	Volumen (ml)	249,6	350,3	-	-
<b>1-M1</b>	Masa (g)	770	300,3	77	6,16
	% na masu cementa	-	39	<b>10</b>	0,8
	Volumen (ml)	242,1	301,2	55	5,3
<b>1-M2</b>	Masa (g)	750	255	150	8,25
	% na masu cementa	-	34	<b>20</b>	1,1
	Volumen (ml)	235,8	255,8	107,1	7,1
<b>1-M3</b>	Masa (g)	700	203	210	11,2
	% na masu cementa	-	29	<b>30</b>	1,6
	Volumen (ml)	220,1	203,6	150	9,6
<b>1-M4</b>	Masa (g)	700	168	280	14
	% na masu cementa	-	24	<b>40</b>	2
	Volumen (ml)	220,1	168,5	200	12
Napomena: „Microblock“ je suspenzija kvarcnog praha (47,4%) u vodi					

Razvoj tlačne čvrstoće ispitan je u ultrazvučnom analizatoru pri tlaku od 35 MPa i temperaturi od 90 °C. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 4-2.

Tablica 4-2. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena (Čajić, 2014)

Tlačna čvrstoća (MPa)					
	Ispitivanje				
	1-M0	1-M1	1-M2	1-M3	1-M4
Vrijeme očvršćavanja (h)	Temperatura: 90 °C				
24	20,58	14,93	17,38	25,93	23,13
48	22,22	15,94	18,58	27,24	23,97
72	22,51	16,13	18,91	27,93	24,67

Iz tablice 4-2. je vidljivo da se korištenjem manjeg udjela „Microblocka“ može uzrokovati opadanje tlačne čvrstoće cementnog kamena s vremenom stoga je ovo lošija opcija nego da se „Microblock“ uopće ne koristi. To je slučaj kod dodavanja 10% i 20% „Microblocka“, dok se kod dodavanja 30% i 40% „Microblocka“ tlačna čvrstoća u svakom slučaju povećava.

Gaurina-Međimurec i suradnici 2017. godine također su ispitivali utjecaj „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Sastav cementnih kaša koje su koristili prikazani su u tablici 4-3, a značenje oznake ispitivanja prikazano je u tablici 5-9. Kao i kod Čajića, ispitivali su 5 cementnih kaša u kojima je varirao udio „Microblocka“ od 0% do 40% i dispergatora od 0% do 2% na masu cementa.

Korišten je cement API klase G te je vodocementni faktor bio 0,44, a uključivao je dodanu vodu i vodu iz „Microblocka“. Iz tablica 4-1. i 4-3. je vidljivo da su sastavi kaša koje je koristio Čajić (2014.) i koje su koristili Gaurina-Međimurec i suradnici vrlo slični.

Također, kao i kod Čajića (2014.) razvoj tlačne čvrstoće ispitivan je na tri temperature (90, 120 i 150 °C), no u ovom radu prikazani su rezultati ispitivanja na 90 °C jer su oni usporedivi s rezultatima ovog rada.

Tablica 4-3. Sastav ispitivanih cementnih kaša (Gaurina-Međimurec et al., 2017)

Ispitivanje	Sastav cementne kaše										
	Cement API klase G		Svježa voda			„Microblock“			Dispergator		
	Masa (g)	Vol. (ml)	Masa (g)	BWOC (%)	Vol. (ml)	Masa (g)	BWOC (%)	Vol. (ml)	Masa (g)	BWOC (%)	Vol. (ml)
<b>2-M0</b>	793,8	249,6	349,27	44	350,3	0	0	0	0	0	0
<b>2-M1</b>	766,4	241	296,9	38,74	297,8	76,64	10	55,9	6,13	0,8	5,2
<b>2-M2</b>	747,6	235,1	250,3	33,48	251,1	149,52	20	106,8	8,22	1,1	7
<b>2-M3</b>	726,9	228,6	205,13	28,22	205,8	218,07	30	155,8	11,63	1,6	9,9
<b>2-M4</b>	707,9	222,6	162,53	22,96	163	283,16	40	202,3	14,16	2	12,1

**Napomene:**  
Volumen kaše: 600 ml  
 $w/c_k = 0,44$  (konačni vodocementni faktor cementne kaše s dodatkom „Microblocka“  
Specifična gustoća: Cement= 3,18; Voda= 0,99696; „Microblock“= 1,37  
„Microblock“ je suspenzija kvarcnog praha u vodi (udio čvrstih čestica iznosi 47,4%)

Razvoj tlačne čvrstoće ispitan je u ultrazvučnom analizatoru pri tlaku od 35 MPa i temperaturama od 90 °C. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 4-4. Vrijeme proteklo do postizanja tlačne čvrstoće od 0,35 MPa (50 psi) predstavlja vrijeme početka stvrdnjavanja (*engl. initial set time*), a vrijeme proteklo do postizanja tlačne čvrstoće od 3,5 MPa (500 psi) predstavlja vrijeme čekanja na stvrdnjavanje cementnog kamena (*engl. WOC time*).

Tablica 4-4. Razvoj tlačne čvrstoće (Gaurina-Međimurec et al., 2017)

Ispitivanje	„Microblock“ (%)	Uvjeti		Tlačna čvrstoća (MPa) nakon			Vrijeme proteklo do postizanja tlačne čvrstoće (hh:mm:ss)	
		BHST (°C)	Tlak (MPa)	24 h	48 h	72 h	0,35 MPa	3,5 MPa
2-M0	0	90	35	10,98	11,76	11,85	2:10:30	3:34:00
2-M1	10	90		11,78	12,29	11,96	3:42:00	4:37:30
2-M2	20	90		13,63	14,47	14,88	4:19:00	5:09:00
2-M3	30	90		15,58	16,55	17,04	4:39:00	5:28:30
2-M4	40	90		16,39	17,43	17,86	5:04:30	5:56:30

Iz tablice 4-4. vidljivo je da se kao i kod Čajića, korištenjem manjeg udjela „Microblocka“ može uzrokovati opadanje tlačne čvrstoće cementnog kamena s vremenom.

Korištenjem „Microblocka“ u vrijednostima od 30% i 40% vidljivo je znatno povećanje tlačne čvrstoće cementnog kamena. Također, vidljivo je da s prolaskom vremena vrijednosti u pravilu tlačne čvrstoće blago rastu kao i vrijeme potrebno da se postigne tlačna čvrstoće od 3,5 MPa.

Posljednje istraživanje utjecaja „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena proveo je Matej Šeb 2018. godine. On je u svom radu također ispitivao 5 cementnih kaša sličnog sastava kao i kod Čajića i Gaurine-Međimurec i suradnika, ali s većim udjelima vode i različitim udjelima dispergatora. Sastav cementnih kaša koje je ispitivao prikazan je u tablici 4-5, a značenje oznake ispitivanja prikazano je u tablici 5-9.

U njegovim ispitivanjima u vodocementni faktor nije bila uračunata voda iz „Microblocka“, nego je uz vodocementni faktor za cement API klase G od 44% još sadržana i voda iz „Microblocka“ te je krajnji udio vode nešto veći od prijašnjih ispitivanja. Vrijednost vodocementnog faktora se povećavala od vrijednosti 44% do 65,04%.

Također, kao i u prethodnim ispitivanjima, razvoj vrijednosti tlačne čvrstoće ispitivana je pri temperaturama od 90, 120 i 150 °C, ali su u ovom radu prikazani rezultati za



temperaturu od 90 °C jer se oni mogu usporediti s rezultatima ispitivanja u okviru ovog rada.

Tablica 4-5. Sastav ispitivanih kaša (Šeb, 2018)

Ispitivanje		Aditivi					Voda (ukupno)
		Cement	Voda	„Microblock“	Dispergator (CFR-3)	Voda u „Microblock-u“	
3-M0	masa (g)	793,8	349,27	-	-	0	349,27
	% na masu cementa	-	44	-	-	0	44
	volumen (ml)	249,6	350,3	-	-	0	350,3
3-M1	masa (g)	750	330	75	4,5	39,45	369,45
	% na masu cementa	-	44	10	0,6	5,26	49,26
	volumen (ml)	235,8	331	54,7	3,8	39,57	370,57
3-M2	masa (g)	700	308	140	4,9	73,64	381,64
	% na masu cementa	-	44	20	0,7	10,52	54,52
	volumen (ml)	220,1	308,9	102,2	4,2	73,86	382,76
3-M3	masa (g)	650	286	195	6,5	102,57	388,57
	% na masu cementa	-	44	30	1	15,78	59,78
	volumen (ml)	204,4	286,9	142,3	5,6	102,88	389,78
3-M4	masa (g)	600	264	240	6,6	126,24	390,24
	% na masu cementa	-	44	40	1,1	21,04	65,04
	volumen (ml)	188,7	264,8	175,2	5,6	126,62	391,42
<b>Napomene:</b>							
Udio svježe vode=44%, stvarni w/c=49,26 do 65,04 (%)							
Specifična gustoća: Cement= 3,18; Voda= 0,99696; „Microblock“= 1,37							
„Microblock“ je suspenzija kvarcnog praha (47,4%) u vodi							

Kao što se vidi iz tablice 4-5., cementne kaše se međusobno razlikuju po udjelu „Microblocka“ koji iznosi od 10% do 40% te udjelu dispergatora koji iznosi od 0,6% do 1,1%.

Razvoj tlačne čvrstoće ispitan je u ultrazvučnom analizatoru pri tlaku od 35 MPa i temperaturi od 90 °C. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 4-6.

Tablica 4-6. Usporedba rezultata ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena (Šeb, 2018)

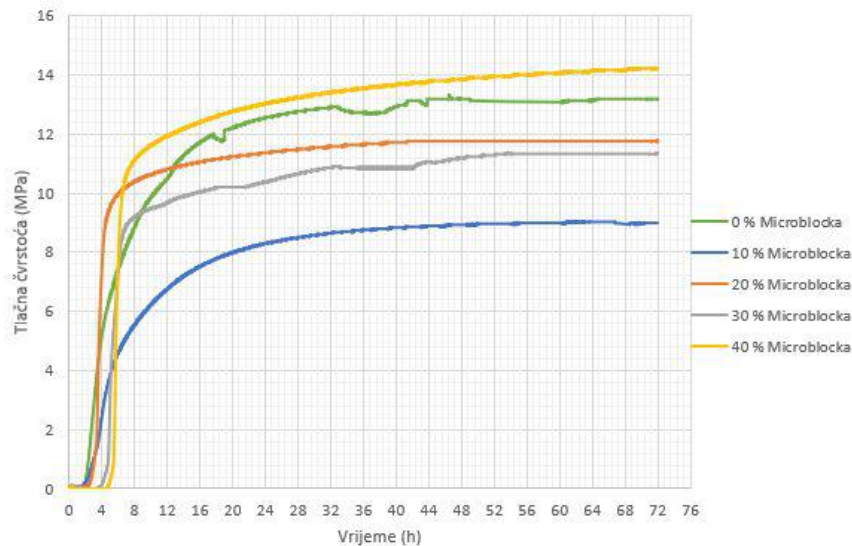
Ispitivanje	Microblock (%)	Uvjeti		Tlačna čvrstoća (MPa) nakon			Vrijeme proteklo do postizanja tlačne čvrstoće (hh:mm:ss)	
		BHST (°C)	Tlak (MPa)	24 h	48 h	72 h	0,35 MPa	3,5 MPa
3-M0	0	90	35	12,53	13,18	13,18	2:07:00	3:16:00
3-M1	10	90		8,3	8,93	9	2:18:30	4:41:30
3-M2	20	90		11,37	11,77	11,78	2:45:30	3:33:00
3-M3	30	90		10,38	11,19	11,36	4:19:30	5:05:00
3-M4	40	90		13,02	13,84	14,21	5:08:00	5:40:00

Iz tablice 4-6. vidljivo je da, dodavanjem „Microblocka“ u cementnu kašu uzrokuje povećanje tlačne čvrstoće cementnog kamena s vremenom, pri čemu je blago povećanje vrijednosti tlačne čvrstoće vidljivo kod koncentracija „Microblocka“ 10% i 20%, dok je povećanje vrijednosti tlačne čvrstoće kod koncentracija „Microblocka“ 30% i 40% nešto veće.

Međutim, potrebno mnogo više vremena da se postigne potrebna čvrstoća cementnog kamena kako bi se mogli nastaviti radovi.

Također, vidljivo je da se pri temperaturi od 90 °C jedino dodatkom „Microblocka“ u vrijednosti od 40% može postići veće vrijednosti tlačne čvrstoće u odnosu na vrijednosti tlačne čvrstoće osnovne cementne kaše.

Za primjer na slici 4-4. prikazan je utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena pri temperaturi od 90 °C i tlaku 35 MPa (Šeb, 2018).



Slika 4-4. Utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena pri temperaturi od 90 °C i tlaku 35 MPa (Šeb, 2018)

Iz slike 4-4. je vidljivo da s porastom vremena mjerenja konačna vrijednost tlačne čvrstoće cementnog kamena, osim one koja sadrži 40% „Microblocka“, smanjuje te dovodi u pitanje kvalitetu cementacije. Osim toga, postizanje potrebne tlačne čvrstoće za nastavak radova traje predugo te je to jedan od problema koji je potrebno razrješiti.

Budući da su rezultati prijašnjih istraživanja bili nezadovoljavajući, za potrebe ovog rada ispitivane su cementne kaše sličnih sastava, ali je umjesto dodavanja „Microblocka“ dodavan cement kao aditiv u količini koja je ekvivalentna količini čestica kvarcnog praha u „Microblocku“. Uz to, količina dispergatora je manja nego kod ispitivanja s dodavanjem „Microblocka“. Također, drugačiji su i vodocementni faktori nego u prijašnjim ispitivanjima.

## 5. LABORATORIJSKA ISPITIVANJA

Laboratorijska ispitivanja utjecaja povećanog udjela cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena provedena su u cementacijskom laboratoriju tvrtke CROSCO, naftni servisi, d.o.o. u Ivanić Gradu. Ispitivanja su provedena na pet cementnih kaša različitih sastava. Cementne kaše pripravljene su prema API RP 10B u mješalici koja ima dvije brzine: 4 000 o/min i 12 000 o/min. Postupak pripreme cementne kaše je sljedeći:

1. u posudu mješalice ulije se voda,
2. mješalica se uključi na nižu brzinu (4 000 o/min),
3. dodaju se aditivi (prvo tekući zatim praškasti),
4. dodaje se cement (taj proces ne bi smio trajati duže od 15 s),
5. posuda se pokrije te se nastavi miješanje na višoj brzini (12 000 o/min),
6. nakon 35 s miješanja cementna kaša je spremna za ispitivanja.

Na slici 5-1. a) prikazana je mješalica za miješanje cementne kaše korištena tijekom ovog rada, dok je na slici 5-1. b) prikazan noviji model mješalice naziva Model 20 Constant Speed Mixer kompanije OFITE.



a)



b)

Slika 5-1. a) Mješalica cementne kaše upotrebljavana u radu i b) Model 20 Constant Speed Mixer (Šeb, 2018, OFI Testing Equipment, 2019 (f))

Nakon odgovarajuće pripremljene cementne kaše određena su njena svojstva i to:

1. gustoća,
2. reološka svojstva pri temperaturi od 23 °C i 88 °C,
3. konzistencija pri uvjetima atmosferskog tlaka i temperature od 90 °C,
4. filtracija cementne kaše i
5. sadržaj slobodne vode.

Za potrebe ovih ispitivanja treba pripremiti dovoljnu količinu cementne kaše kako bi se moglo provesti više ispitivanja odjednom. Nakon što su ispitana odgovarajuća svojstva cementnih kaša ispitan je razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena u ultrazvučnom analizatoru.

U tablici 5-1. prikazan je sastav 5 ispitivanih kaša.

Tablica 5-1. Sastav ispitivanih cementnih kaša

Ispitivanje		Osnovni cement	Aditivi			Voda (ukupno)
			Voda	Dispergator	Dodatni cement	
4-C0	masa (g)	760	334,4	0	0	334,4
	% BWOC		44	0	<b>0</b>	<b>44</b>
	volumen (ml)	239	335,4	0	0	335,4
4-C1	masa (g)	760	334,4	2	36,02	334,4
	% BWOC		44	0,25	<b>4,74</b>	<b>42,01</b>
	volumen (ml)	239	335,4	1,4	11,3	335,4
4-C2	masa (g)	760	334,4	2,28	72,05	334,4
	% BWOC		44	0,3	<b>9,48</b>	<b>40,19</b>
	volumen (ml)	239	335,4	1,6	22,7	335,4
4-C3	masa (g)	760	334,4	2,6	108,07	334,4
	% BWOC		44	0,35	<b>14,22</b>	<b>38,52</b>
	volumen (ml)	239	335,4	1,9	34	335,4
4-C4	masa (g)	760	334,4	3,04	144,1	334,4
	% BWOC		44	0,4	<b>18,94</b>	<b>36,99</b>
	volumen (ml)	239	335,4	2,1	45,3	335,4

Kao što je vidljivo iz tablice 5-1., cementne kaše razlikuju se po udjelu dodatnog cementa koji iznosi od 4,74% do 18,94% te udjelu dispergatora koji iznosi od 0,25% do

0,4%. Da bi bilo jasnije zašto su uzimane količine dodatnog cementa koje nisu cijeli broj valja objasniti sastav „Microblocka“. Naime, „Microblock“ je suspenzija kvarcnog praha u vodi pri čemu udio kvarcnog praha iznosi 47,4%.

Iz toga slijedi da u 10% „Microblocka“ količina čestica kvarcnog praha iznosi 4,74% pa je uzorak cementne kaše 4-C1 pripremljen s dodatnih 4,74% (ili 36,02 g) cementa i ukupno je sadržavao 796,02 g (760 g + 36,02 g) cementa. Ostali uzorci cementne kaše (4-C2, 4-C3 i 4-C4) su sadržavali povećane količine cementa koje su bile ekvivalentne količinama čestica kvarcnog praha od 20%, 30% i 40% „Microblocka“ odnosno 9,48% (4-C2), 14,22% (uzorak 4-C3) i 18,94% (uzorak 4-C4) dodatnog cementa.

Budući da je početni vodocementni faktor držan konstantnim na vrijednosti od 44%, a u osnovnu cementnu kašu je kao aditiv, umjesto „Microblocka“ dodavan i dodatni cement, konačni vodocementni faktor je smanjen do vrijednosti od 36,99%.

Kako bi se cementna kaša s manjim vodocementnim faktorom uopće mogla kvalitetno promiješati u laboratorijskim uvjetima, a u terenskim uvjetima protiskivati u izakolonski prostor, neophodno je dodavanje određene količine dispergatora. Dispergator povoljno djeluje na reološka svojstva cementne kaše, smanjuje njenu viskoznost što rezultira manjim otporima pri protjecanju cementne kaše te se on smatra aditivom za smanjenje trenja (*engl. cement friction reducer*).

Općenito, dispergator se dodaje u cementnu kašu jer (Gaurina-Međimurec, 2017):

- smanjuje viskoznost cementne kaše;
- pospješuje turbulentno protjecanje cementne kaše pri manjim dobavama;
- smanjuje tlakove uslijed trenja pri protjecanju cementne kaše kroz suženja u prstenastom prostoru;
- kod iste dobave povećava površinu prstenastog prostora zahvaćenu turbulencijom;
- pomaže u smanjenu filtracije cementne kaše koja je pripremljena s manje vode (*engl. densified slurry*).

Za potrebe ovog ispitivanja korišten je dispergator trgovačkog naziva Dehscofix-158 (CAS: 36290-04-7; anionski surfaktant; natrijeva sol naftalen sulfonata (NSF) u prahu).

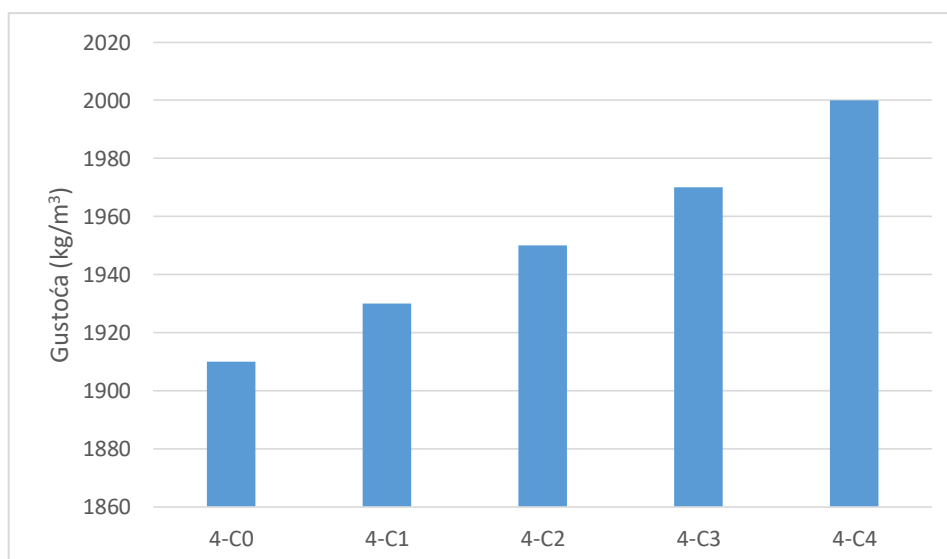
## 5.1. Gustoća cementne kaše

Gustoća cementne kaše je osnovno svojstvo za provjeru kvalitete cementne kaše. Gustoće cementnih kaša u ovom radu određivane su vagom za isplaku prikazanom na slici 5-2.



Slika 5-2. Korištena vaga za isplaku (Šeb, 2018)

Gustoća cementne kaše je određena pri atmosferskom tlaku i temperaturi od 23 °C. Na vagi za isplaku očitana vrijednost gustoće na odgovarajućoj skali množi se s 1000 te se tako dobiva vrijednost gustoće u  $\text{kg/m}^3$ . Gustoća cementne kaše ovisi o udjelu dodatnog cementa te je ta ovisnost prikazana na slici 5-3. te u tablici 5-2.



Slika 5-3. Ovisnost gustoće cementnih kaša o udjelu dodatnog cementa

Tablica 5-2. Vrijednosti gustoće ispitivanih cementnih kaša

Svojstvo	Ispitivanje				
	4-C0	4-C1	4-C2	4-C3	4-C4
Gustoća (kg/m <sup>3</sup> )	1910	1930	1950	1970	2000

Prema rezultatima koji su prikazani na slici 5-3. te u tablici 5-2. može se zaključiti da se gustoća cementne kaše dodatkom cementa povećava što je bilo očekivano.

Ako vrijednost izmjerene gustoće ne odgovara onoj dobivenoj proračunom, tada je moguće da je došlo do pogreške u vaganju sastojaka, ili je moguće da je greška u nekom od sastojaka. Također, moguće je da se tijekom miješanja u kaši zarobe mjehurići zraka koji mijenjaju vrijednost gustoće pa je stoga potrebno cementnu kašu prije mjerenja protresti kako bi mjehurići izašli na površinu. Gustoća je dakle, osnovni kriterij za valjanost cementne kaše te se već iz ovog mjerenja može provjeriti ako nešto nije u redu.

## 5.2. Reološka svojstva cementne kaše

Za određivanje reoloških svojstava cementne kaše korišten je viskozimetar kompanije OFITE koji je prikazan na slici 5-4.



Slika 5-4. Viskozimetar kompanije OFITE Model 800 (Šeb, 2018)



Instrument pogoni dvobrzinski sinhroni motor koji omogućuje mjerenje smičnog naprezanja pri smičnim brzinama od 3, 6, 30, 60, 100, 200 i 300 o/min (Gaurina-Međimurec, 2017). Množenjem očitanih vrijednosti s koeficijentom 1,7 dobivaju se vrijednosti smičnih brzina u SI sustavu mjernih jedinica pri čemu odgovarajuće smične brzine tada iznose 5,1; 10,2; 51; 102; 170; 340 i 510 s<sup>-1</sup>.

Vanjski cilindar okreće se konstantnom brzinom rotacije za svaki odabrani broj okretaja pri čemu rotacija cilindra u cementnoj kaši izaziva torziju na unutarnjem cilindru ili bobu. Torzijska opruga se opire kretanju pa pokazivač koji je pričvršćen za bob prikazuje vrijednost smičnog naprezanja izraženu u lb/100 ft<sup>2</sup>. Množenjem očitanih vrijednosti s koeficijentom 0,51 dobiju se vrijednosti smičnih naprezanja u SI sustavu odnosno u Pa.

Pomoću očitanih smičnih naprezanja te korištenjem odgovarajućih formula mogu se izračunati reološki parametri koji su potrebni za provođenje hidrauličkog proračuna cementacije kolone zaštitnih cijevi i za određivanje potrebne snage cementacijskih agregata kojima će se cementna kaša protisnuti u prstenati prostor. Reološki parametri koji se mogu izračunati iz očitanih vrijednosti smičnih naprezanja su: plastična viskoznost, naprezanje pri pokretanju, indeks toka i indeks konzistencije.

U tablici 5-3. prikazane su očitane vrijednosti smičnih naprezanja u lb/100 ft<sup>2</sup> pri brzinama rotacije od 3 do 300 o/min i obrnutim redosljedom, od 300 do 3 o/min, a u tablici 5-4. prikazane su izračunate vrijednosti smičnih naprezanja u Pa. Mjerenja su provedena pri temperaturama od 23 ° i 88 °C.

Tablica 5-3. Očitane vrijednosti smičnog napreznja ispitivanih cementnih kaša

Brzina rotacije (o/min)	Očitavanja smičnog napreznja pri brzinama rotacije od 3 do 300 0/min (lb/100ft <sup>2</sup> )									
	4-C0		4-C1		4-C2		4-C3		4-C4	
	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C
3	12	24	7	14	5	15	5	20	6	21
6	19	29	10	15	9	19	7	20	7	26
30	46	68	17	55	15	45	11	45	10	59
60	57	98	24	74	19	58	18	63	16	71
100	65	110	31	84	25	67	27	72	23	78
200	82	131	48	93	39	77	47	86	42	93
300	92	142	62	103	55	93	71	101	68	112
Brzina rotacije (o/min)	Očitavanja smičnog napreznja pri brzinama rotacije od 300 do 3 o/min (lb/100ft <sup>2</sup> )									
	4-C0		4-C1		4-C2		4-C3		4-C4	
	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C
3	13	17	9	15	6	16	5	18	6	21
6	21	25	13	22	7	22	6	24	7	27
30	43	62	19	53	12	51	12	55	3	60
60	52	88	25	68	18	62	19	60	20	73
100	60	104	33	76	25	69	28	77	29	79
200	76	123	51	89	40	82	49	92	50	95
300	92	142	62	103	55	93	71	101	68	112

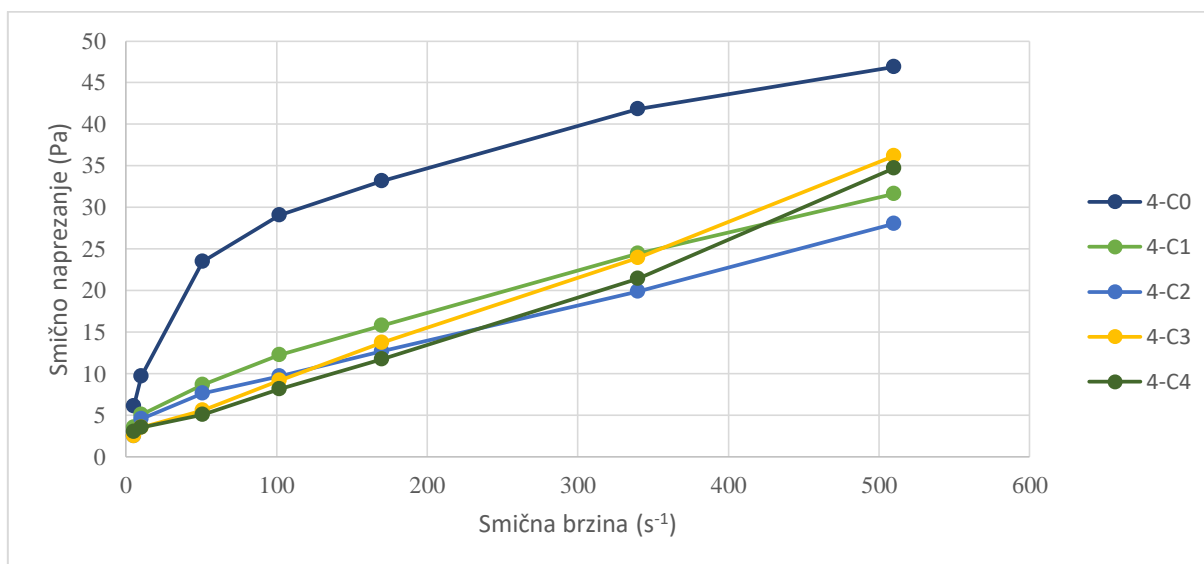
Tablica 5-4. Izračunate vrijednosti smičnog napreznja ispitivanih cementnih kaša

Smična brzina (s <sup>-1</sup> )	Smično napreznje pri brzinama rotacije od 5,1 do 510 s <sup>-1</sup> (Pa)									
	4-C0		4-C1		4-C2		4-C3		4-C4	
	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C
5,1	6,12	12,24	3,57	7,14	2,55	7,65	2,55	10,2	3,06	10,71
10,2	9,69	14,79	5,1	7,65	4,59	9,69	3,57	10,2	3,57	13,26
51	23,46	34,68	8,67	28,05	7,65	22,95	5,61	22,95	5,1	30,09
102	29,07	49,98	12,24	37,74	9,69	29,58	9,18	32,13	8,16	36,21
170	33,15	56,1	15,81	42,84	12,75	34,17	13,77	36,72	11,73	39,78
340	41,82	66,81	24,48	47,43	19,89	39,27	23,97	43,86	21,42	47,43
510	46,92	72,42	31,62	52,53	28,05	47,43	36,21	51,51	34,68	57,12
Smična brzina (s <sup>-1</sup> )	Smično napreznje pri brzinama rotacije od 510 do 5,1 s <sup>-1</sup> (Pa)									
	4-C0		4-C1		4-C2		4-C3		4-C4	
	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C
5,1	6,63	8,67	4,59	7,65	3,06	8,16	2,55	9,18	3,06	10,71
10,2	10,71	12,75	6,63	11,22	3,57	11,22	3,06	12,24	3,57	13,77
51	21,93	31,62	9,69	27,03	6,12	26,01	6,12	28,05	1,53	30,6
102	26,52	44,88	12,75	34,68	9,18	31,62	9,69	30,6	10,2	37,23
170	30,6	53,04	16,83	38,76	12,75	35,19	14,28	39,27	14,79	40,29
340	38,76	62,73	26,01	45,39	20,4	41,82	24,99	46,92	25,5	48,45
510	46,92	72,42	31,62	52,53	28,05	47,43	36,21	51,51	34,68	57,12

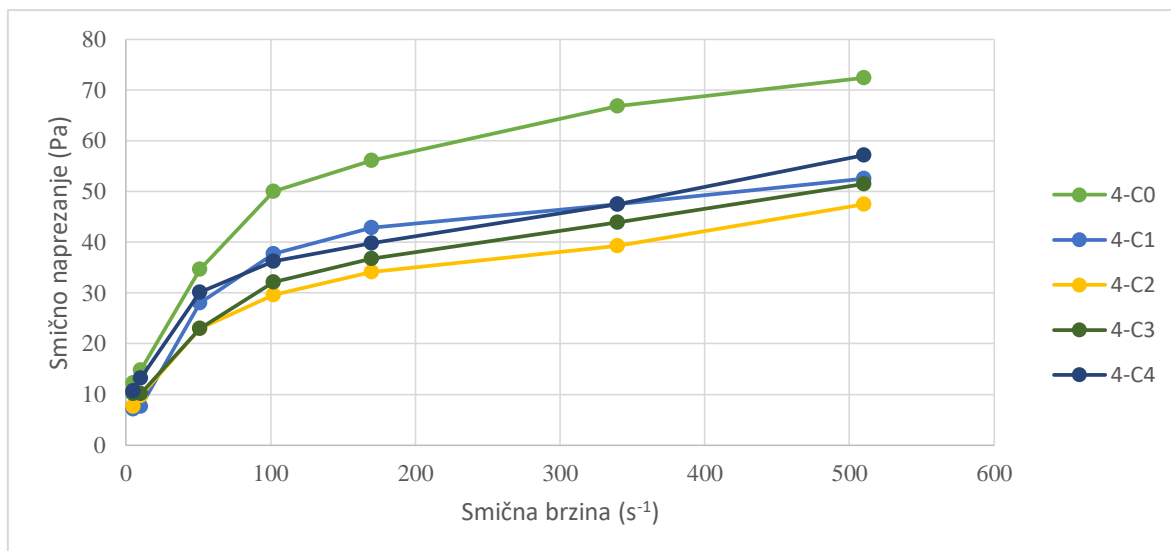
U tablici 5-5. i na slikama 5-5. i 5-6. prikazane su srednje vrijednosti smičnih naprezanja cementnih kaša.

Tablica 5-5. Srednje vrijednosti smičnih naprezanja ispitivanih cementnih kaša

Smična brzina (s <sup>-1</sup> )	Srednja vrijednost smičnih naprezanja (Pa)									
	4-C0		4-C1		4-C2		4-C3		4-C4	
	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C	24 °C	88 °C
5,1	6,37	10,45	4,08	7,39	2,80	7,90	2,55	9,69	3,06	10,71
10,2	10,2	13,77	5,86	9,43	4,08	10,45	3,31	11,22	3,57	13,51
51	22,69	33,15	9,18	27,54	6,885	24,48	5,86	25,50	3,31	30,34
102	27,79	47,43	12,49	36,21	9,435	30,60	9,43	31,36	9,18	36,72
170	31,87	54,57	16,32	40,80	12,75	34,68	14,02	37,99	13,26	40,03
340	40,29	64,77	25,24	46,41	20,14	40,54	24,48	45,39	23,46	47,94
510	46,92	72,42	31,62	52,53	28,05	47,43	36,21	51,51	34,68	57,12



Slika 5-5. Dijagram smičnih naprezanja pri temperaturi od 23 °C



Slika 5-6. Dijagram smičnih naprezanja pri temperaturi od 88 °C

Sa slika 5-5. i 5-6. je vidljivo da čista cementna kaša ima nešto veće vrijednosti smičnih naprezanja od cementnih kaša s dodatnim cementom. Razlog tome je prvenstveno dodatak dispergatora koji smanjuje vrijednosti smičnih naprezanja kod ostalih cementnih kaša. Povećanjem temperature nije se povećala razlika u vrijednostima smičnih naprezanja između čiste cementne kaše i ostalih cementnih kaša. Jedina razlika u mjerenjima na dvije temperature je ta da su krajnje vrijednosti smičnih naprezanja na višoj temperaturi veće u prosjeku za 20 Pa.

### 5.3. Vrijeme zgušćavanja

Vrijeme zgušćavanja cementne kaše određivano je atmosferskim konzistometrom prikazanim na slici 5-7.



Slika 5-7. Atmosferski konzistometar (Chandler Engineering, 2019)

Konzistencija cementne kaše se s vremenom povećava te ona postaje sve viskozija. Ovo svojstvo je vrlo bitno zbog određivanja vremenskog perioda u kojem se cementna kaša mora utisnuti u prstenasti prostor između kolone zaštitnih cijevi i stjenke kanala bušotine te podići na potrebnu visinu. Cementna kaša mora biti pumpabilna sve dok se ne smjesti na potrebnu visinu u prstenastom prostoru, a nakon toga mora čim brže stvrdnuti u cementni kamen odgovarajuće tlačne čvrstoće kako bi se smanjilo vrijeme čekanja na stvrdnjavanje cementne kaše u cementni kamen (*engl. waiting on cement - WOC*) i ukupni troškovi izrade bušotine.

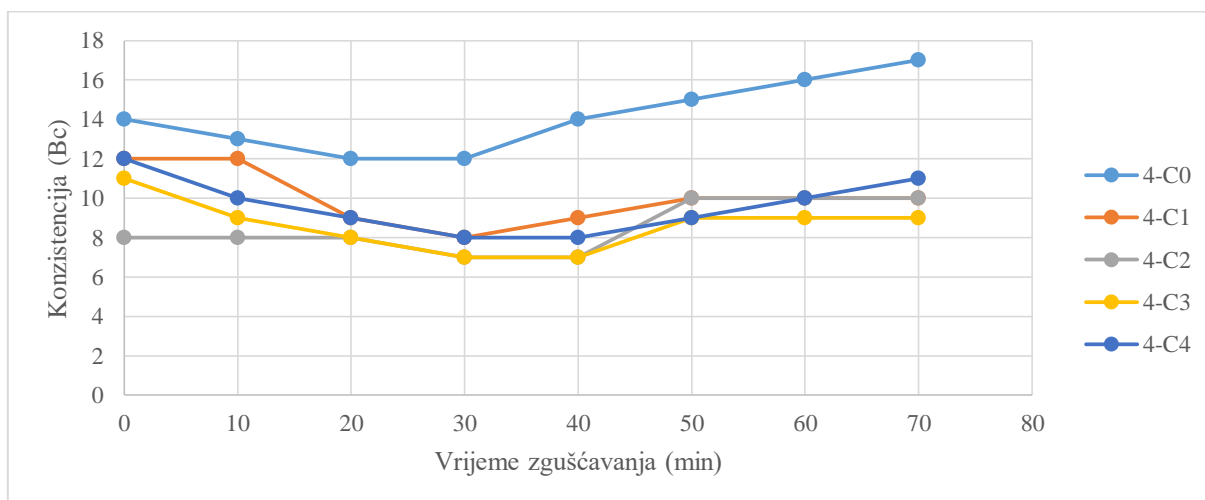
Početak zgušćavanja cementne kaše smatra se vrijeme koje protekne od trenutka primjene tlaka i temperature (trenutak uključivanja konzistometra) do trenutka kada cementna kaša postigne konzistenciju od 40 Uc (*engl. Unit of consistency – Uc; ili Bc kad se koristi atmosferski konzistometar*). Krajem zgušćavanja smatra se vrijeme koje protekne od trenutka uključivanja konzistometra (primjene tlaka i temperature) do trenutka kad cementna kaša postigne konzistenciju od 100 Uc (Gaurina-Međimurec, 2017). Treba naglasiti da je cementna kaša pumpabilna do vrijednosti od 70 Uc te se vrijeme zgušćavanja cementne kaše dizajnira tako da premaši vrijeme potrebno za obavljanje cementacije. U praksi taj period varira od oko jedan sat sve do 50% više od vremena potrebnog da se cementacija obavi.

Vrijeme zgušćavanja cementne kaše u atmosferskom konzistometru određeno je u uvjetima atmosferskog tlaka i uz porast temperature do vrijednosti od 88 °C. Rezultati

određivanja vremena zgušćavanja pomoću atmosferskog konzistometra prikazani su u tablici 5-6. i slici 5-8.

Tablica 5-6. Vrijednosti konzistencije u ovisnosti o udjelu dodatnog cementa mjereno u atmosferskom konzistometru

Ispitivanje	Vrijeme zgušćavanja cementne kaše (min)							
	0	10	20	30	40	50	60	70
	Konzistencija cementne kaše (Bc)							
4-C0	14	13	12	12	14	15	16	17
4-C1	12	12	9	8	9	10	10	10
4-C2	8	8	8	7	7	10	10	10
4-C3	11	9	8	7	7	9	9	9
4-C4	12	10	9	8	8	9	10	11



Slika 5-8. Utjecaj dodatnog cementa na promjenu konzistencije cementne kaše s vremenom mjereno u atmosferskom konzistometru

Na temelju podataka prikazanih u tablici 5-6 i na slici 5-8 vidljivo je da se s vremenom najviše povećava konzistencija čiste cementne kaše što se može objasniti prisustvom dispergatora u drugim cementnim kašama. Budući da su vrijednosti konzistencija svih kaša dosta niže od 40 Uc, sve ispitivane kaše bi se bez problema mogle koristiti za cementaciju u razmatranim uvjetima.

#### 5.4. Filtracija cementne kaše

Filtracija predstavlja proces izdvajanje vode (filtrata) iz cementne kaše pod djelovanjem diferencijalnog tlaka. Proces laboratorijskih ispitivanja filtracije cementne kaše detaljno je opisan u API Spec. 10. Rezultat filtracije je količina filtrata (u ml), stvarno izmjerena ili ekstrapolirana, koja se izdvoji iz cementne kaše u periodu od 30 minuta, pri tlaku od 6,89 MPa (1 000 psi), kroz sito veličine 325 mesha (44  $\mu$ m), pomnožena s 2 (Gaurina-Međimurec, 2017).

Filtracija cementnih kaša može varirati ovisno o tipu cementacije. Za određene tipove cementacije preporučuju se sljedeće vrijednosti:

- primarna cementacija: do 250 ml,
- cementiranje dublje ugrađenih lajnera: do 300 ml,
- cementiranje pod povećanim tlakom (skviziranje): 50 do 150 ml i
- cementiranje plinskih bušotina: 20 ml.

Smanjenjem filtracije cementne kaše smanjuje se i opasnost od migracije plina kroz cementirani prstenasti prostor što je naročito potrebno kod bušotina gdje postoje slojevi plina pod visokim tlakom i opasnost od erupcije.

Brzina filtracije ovisi o (Gaurina-Međimurec, 2017):

- mineraloškom sastavu cementa,
- specifičnoj površini cementa,
- sastavu cementne kaše,
- vodocementnom faktoru,
- tlaku,
- temperaturi i
- o aditivima koji se koriste.

Primjerice, smanjenjem gustoće cementne kaše brzina filtracije raste. Zanimljivo je da će porastom temperature filtracija u početku biti povećana zbog smanjenja viskoznosti, no kasnije će se, zbog ubrzane hidratacije cementne kaše, filtracija smanjiti.

Filtracija cementne kaše utječe i na druga svojstva cementne kaše te će tako primjerice doći do dehidriranja i preranog zgušćavanja cementne kaše u slučaju da se ne koriste

aditivi za smanjenje filtracije. Prebrzo zgušćavanje cementne kaše može dovesti do loše raspodjele cementne kaše u prstenastom prostoru te izdvojeni filtrat može uzrokovati oštećenje ležišnih stijena. Također, zbog povećane viskoznosti doći će do težeg protiskivanja cementne kaše, za što će biti potreban veći tlak za protiskivanje koji pak može prouzročiti frakturiranje raskrivenih stijena.

Filtracija cementne kaše u ovom radu nažalost nije mjerena iz razloga što API filter preša koja se inače koristi u cementcijskom laboratoriju tvrtke CROSCO, naftni servisi, d.o.o., nije bila na raspolaganju zbog radova na drugoj lokaciji.

### **5.5. Izdvajanje slobodne vode**

Izdvajanje slobodne vode je svojstvo cementne kaše koje ukazuje na sedimentaciju cementnih čestica, odnosno na nestabilnost cementne kaše. U slučaju da cementna kaša pokazuje visoku vrijednost izdvajanja slobodne vode to znači da čestice cementa brzo padaju na dno.

Slobodna voda naziva se još i maksimalnom količinom vode, odnosno maksimalnim vodocementnim faktorom. Ovo je ustvari količina vode, dodana bušotinskom cementu pri kojoj se ne izdvoji više od 3,5 ml (1,4%) vode iz 250 ml cementne kaše nakon dva sata mirovanja u graduiranoj staklenoj menzuri, pri sobnoj temperaturi (Gaurina-Međimurec, 2017). To je zapravo ona količina vode pri kojoj se čestice cementa održavaju u suspenziji do početka prijelaza cementne kaše u cementni kamen, odnosno ona količina vode gdje još nema taloženja čestica cementa.

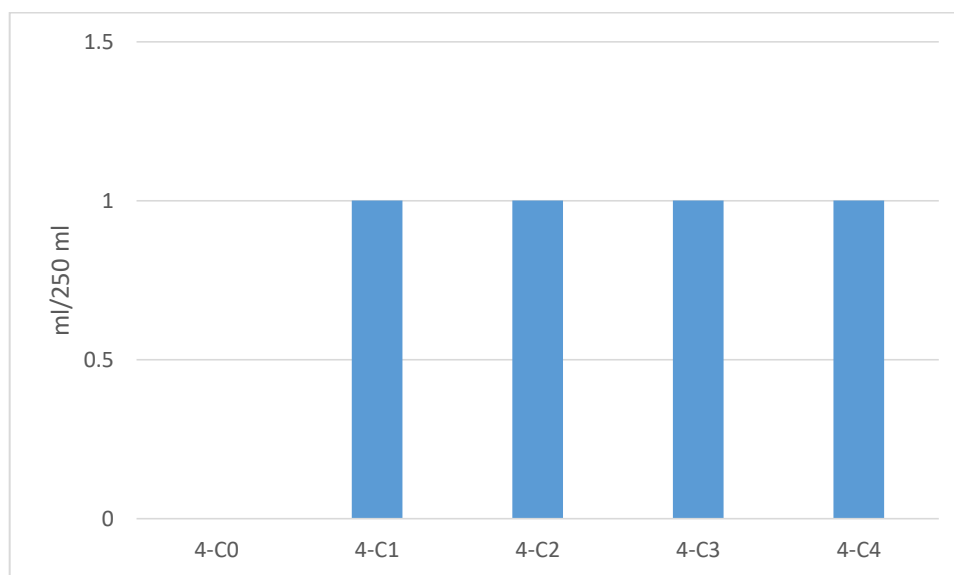
Ispitivanje slobodne vode vrši se tako da se odgovarajuće pripremljena cementna kaša ulijeva u graduiranu staklenu menzuru do oznake 250 ml, te se nakon toga stavlja u sušionik gdje cementna kaša stoji 2 sata. Nakon 2 sata, menzura se izvadi iz sušionika te se očita vrijednost slobodne vode.

Dobiveni rezultati ispitivanja količine slobodne vode prikazani su u tablici 5-7. te na slici 5-9.



Tablica 5-7. Količina slobodne vode u ovisnosti o udjelu dodatnog cementa

Slobodna voda	Ispitivanje				
	4-C0	4-C1	4-C2	4-C3	4-C4
ml/250 ml	0	1	1	1	1



Slika 5-9. Količina izdvojene slobodna vode u ovisnosti o udjelu dodatnog cementa

Kod mjerenja izdvojene slobodne vode vidljivo je da su vrijednosti vrlo male i ne prelaze 1 ml, dok se kod čiste cementne kaše vrijednost slobodne vode nije mogla ni izmjeriti jer je cementna kaša dovoljno zgusnula nakon vađenja iz atmosferskog konzistomera.

## 5.6. Tlačna čvrstoća

Tlačna čvrstoća može se mjeriti već prethodno spomenutim uređajima kao što su: OFITE Compressive Strength Tester – Manual, Compressive Strength Tester – Automatic ili, kao što je slučaj u ovom radu, pomoću ultrazvučnog analizatora (*engl. Ultrasonic Cement Analyzer – UCA*) koji je prikazan na slici 5-10. Mjerenje tlačne čvrstoće pomoću ultrazvučnog analizatora je nedestruktivna metoda što mu je velika prednost. Razlog tome je što se tlačna čvrstoća ne mjeri kao u prethodno spomenutim uređajima pomoću primjene sile na uzorak sve dok se uzorak ne razruši. Ultrazvučni analizator ima visokotlačnu ćaliju – komoru (*engl. curing cell*) u kojoj cementna kaša očvršćava u cementni kamen pri

simuliranim bušotinskim uvjetima tlaka (max. 140 MPa (20 000 psi) i temperature (max. 204 °C). Na vrhu ćelije pričvršćen je odašiljač ultrazvučnih valova, a na dno prijemnik. Ovaj uređaj mjeri brzinu prolaska ultrazvučnog vala od odašiljača do prijemnika kroz medij koji se nalazi u ćeliji. Brzina prolaza vala (signala) (*engl. Signal transit time*) se kontinuirano mjeri i može se korelirati s razvijanjem tlačne čvrstoće cementnog kamena. S protokom vremena i povećanjem tlačne čvrstoće, brzina prolaska zvučnog vala se smanjuje (Gaurina-Međimurec, 2017).

Tlačna čvrstoća je vrlo bitno svojstvo cementnog kamena jer su brzina povećanja tlačne čvrstoće i vrijednost tlačne čvrstoće koju cementni kamen postiže od velike važnosti za smanjenje vremena čekanja na daljnji nastavak radova.

Na slici 5-10. prikazan je ultrazvučni analizator (UCA) koji je korišten u ovom radu.

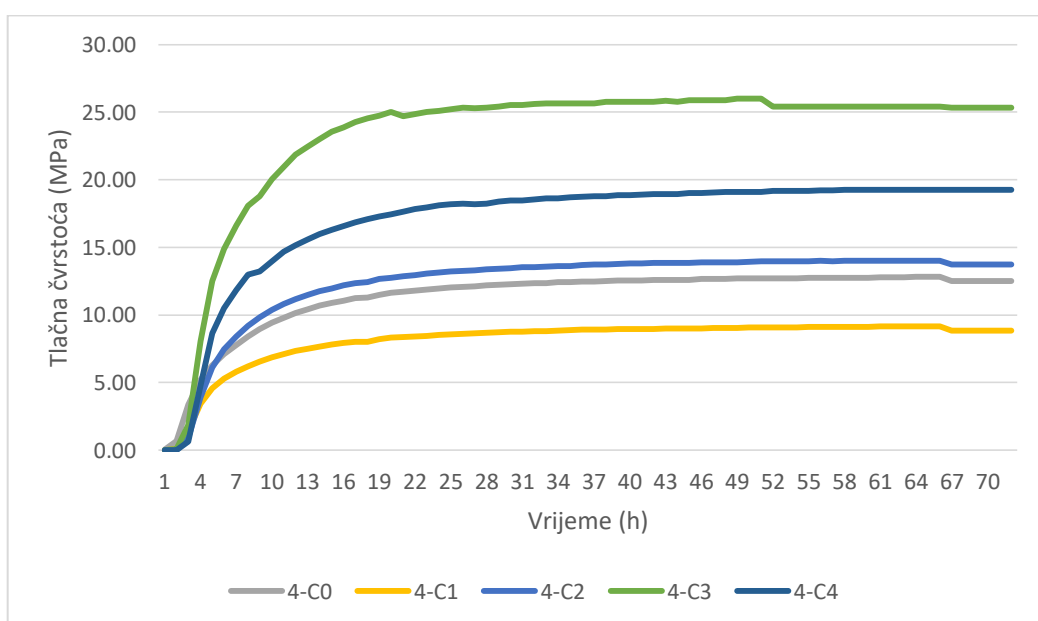


Slika 5-10. Ultrazvučni analizator (UCA) (Šeb, 2018)

Ispitivanje je provedeno na temperaturi od 90 °C te su dobiveni rezultati prikazani u tablici 5-8., na slikama 5-11. do 5-13. te na priložima 1-5.

Tablica 5-8. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena

Ispitivanje	Dodatni cement (%)	Uvjeti		Tlačna čvrstoća (MPa) nakon			Vrijeme proteklo do postizanja tlačne čvrstoće (hh:mm:ss)	
		BHST (°C)	Tlak (MPa)	24 h	48 h	72 h	0,35 MPa	3,5 MPa
4-C0	0	90	35	11,94	12,65	12,51	1:48:30	3:02:30
4-C1	4,74	90		8,52	9,04	8,85	2:22:00	4:01:00
4-C2	9,46	90		13,13	13,9	13,74	2:40:00	3:51:31
4-C3	14,22	90		25,08	25,88	25,32	2:25:00	3:18:00
4-C4	18,96	90		18,09	19,08	19,27	2:48:30	3:45:30

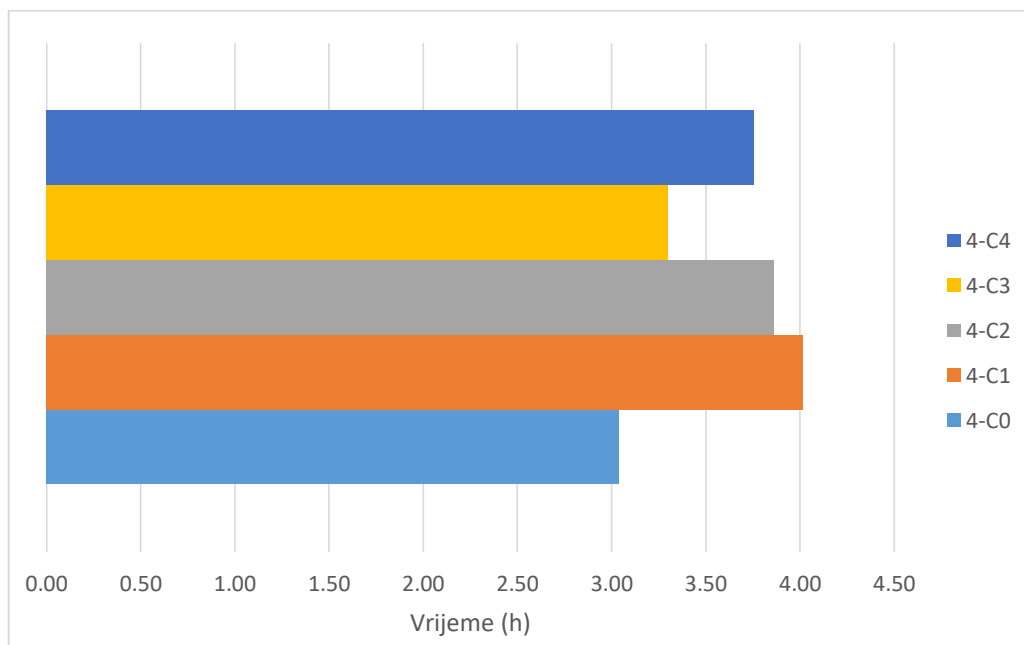


Slika 5-11. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu dodatnog cementa na temperaturi od 90 °C

Na temelju podataka prikazanih na slici 5-11. može se zaključiti da cementni kamen nastao očvršćavanjem cementne kaše s 14,22% dodatnog cementa (uzorak 4-C3) postiže najveću tlačnu čvrstoću pri temperaturi od 90 °C, koja nakon 72 sata iznosi 25,32 MPa. Isto tako, vidljivo je da najmanji udio dodatnog cementa od 4,74% (uzorak 4-C1) ima najnepovoljniji utjecaj na tlačnu čvrstoću cementnog kamena te postiže vrijednost od 8,85 MPa. Nadalje, iz slike 5-11. i tablice 5-8. vidljivo je da je razlika u tlačnoj čvrstoći cementnog kamena bez dodatnog cementa (uzorak 4-C0) i onog s dodatnim cementom od

9,48% (uzorak 4-C2) vrlo mala te iznosi oko 1 MPa, dok je razlika u tlačnoj čvrstoći cementnog kamena s dodatnim cementom od 14,22% (uzorak 4-C3) i 18,96% (uzorak 4-C4) dosta velika te iznosi oko 6 MPa.

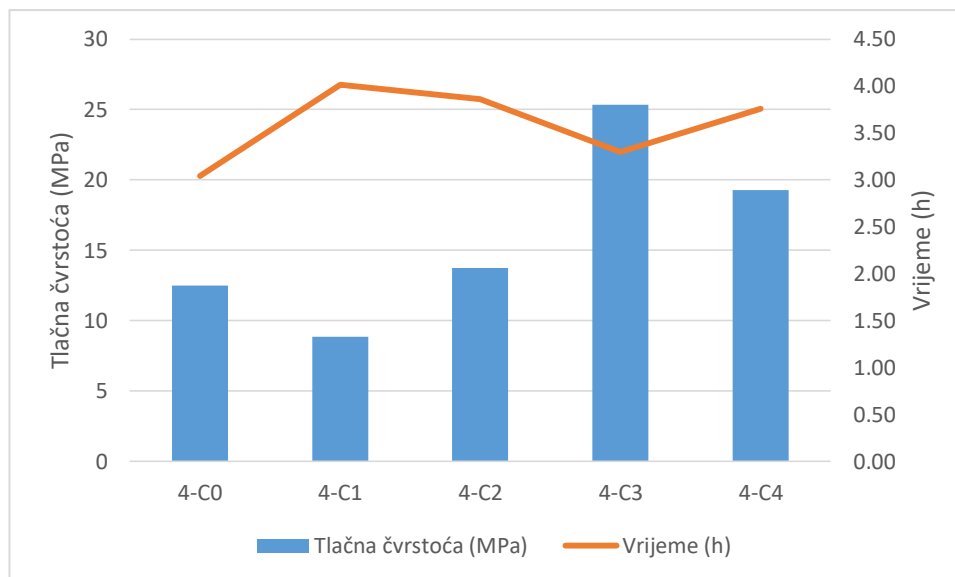
Na slici 5-12. prikazana su vremena potrebna da cementna kaša stvrdne u cementni kamen tlačne čvrstoće 3,5 MPa (500 psi) na temperaturi od 90 °C što je minimalno potrebna tlačna čvrstoća za nastavak radova.



Slika 5-12. Utjecaj dodatnog cementa na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću 3,5 MPa na temperaturi od 90 °C

Iz rezultata koji su prikazani na slici 5-12. može se zaključiti da se s povećanjem udjela dodatnog cementa, vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa povećava u odnosu na čistu cementnu kašu. Ne postoji izraziti trend jer je kod manjih udjela dodatnog cementa vrijeme za postizanje čvrstoće od 3,5 MPa dulje te se skraćuje s povećanjem udjela dodatnog cementa do 14,22%, nakon čega se ponovo povećava što je vjerojatno posljedica dodavanja dispergatora.

Na slici 5-13. prikazan je porast tlačne čvrstoće te vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa (500 psi) što je važno za nastavak radova u bušotini.



Slika 5-13. Utjecaj dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena i na vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa

Kao što je prikazano na slici 5-13., dodavanjem male količine cementa (4,74%) dolazi do smanjenja vrijednosti tlačne čvrstoće nakon 72 h i povećanja vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa u odnosu na čistu cementnu kašu. Dodatkom cementa u omjeru od 14,22% postiže se najveća tlačna čvrstoća nakon 72 h, zapravo dvostruko veća od tlačne čvrstoće cementnog kamena nastalog iz osnovne cementne kaše, dok je vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa neznatno veće od vremena kod čiste cementne kaše. Dodatnim povećanjem udjela cementa smanjuje se konačna tlačna čvrstoće te produljuje vrijeme potrebno za postizanje 3,5 MPa.

### 5.7. Usporedba rezultata ispitivanja utjecaja dodatnog cementa i „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena

Rezultati ispitivanja utjecaja dodavanja dodatnih količina cementa (umjesto „Microblocka“) na tlačnu čvrstoću cementnog kamena koje je provedeno u okviru ovog diplomskog rada prikazani su u tablici 5-8., i uspoređeni s rezultatima ispitivanja utjecaja dodavanja „Microblocka“ koja su proveli Čajić (tablica 4-2.), Gaurina-Međimurec sa suradnicima (tablica 4-4.) i Šeb (tablica 4-6.) te su grafički prikazani na slikama 5-14., 5-15., 5-16. i 5-17.

Na svakoj od slika, plavom bojom prikazani su rezultati koje je dobio Čajić (2014), smeđom bojom rezultati koje je dobila Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017), sivom bojim rezultati koje je dobio Šeb (2018), a žutom bojom prikazani su rezultati dobiveni u ovom radu.

U tablici 5-9. prikazani su serije i oznake ispitivanja iz prijašnjih radova i ovog rada te su objašnjene oznake, tj. nomenklatura korištena za potrebe ovog rada. Također, prikazane su neke osnovne razlike između provedenih ispitivanja koja se u principu razlikuju u konačnom vodocementnom faktoru cementne kaše.

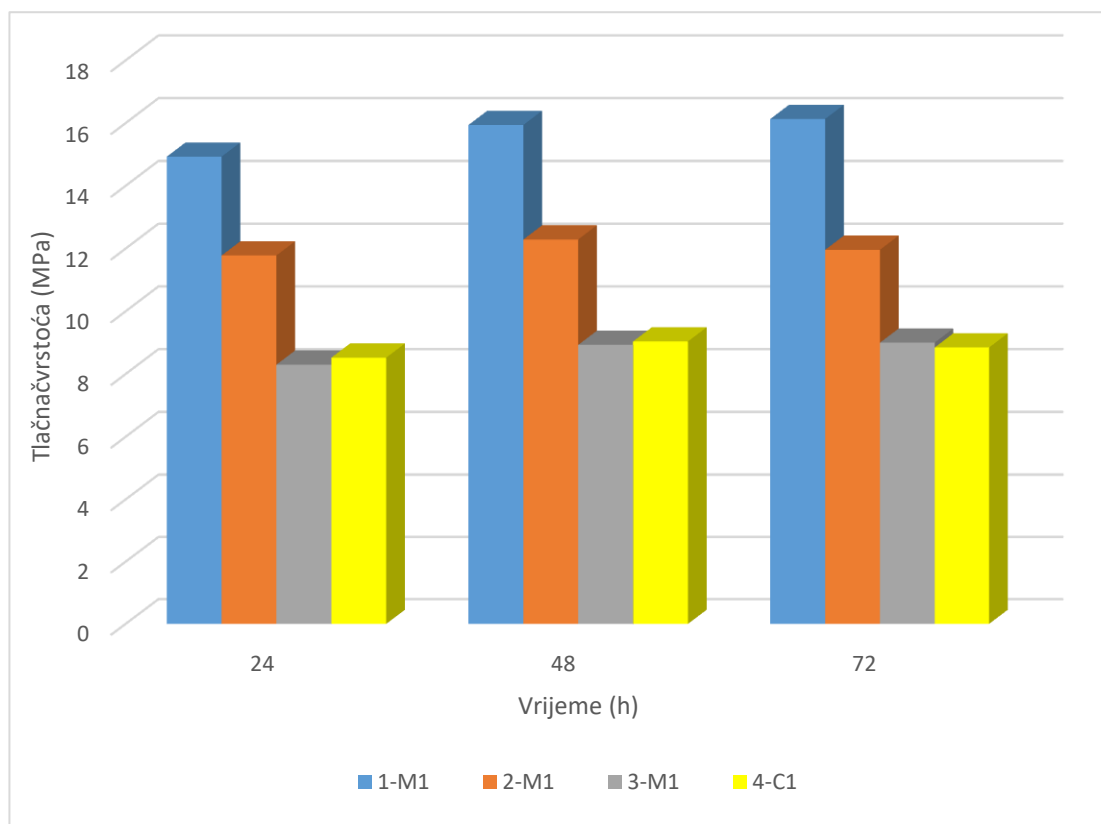
Tablica 5-9. Prikaz naziva korištenih u ovom radu uz kratak opis razlika u ispitivanjima

Autor	Serijski ispitivanje	Oznaka ispitivanja	„Microblock“ (%)	Dodatni cement (%)	Dispergator (%BWOC)	Opis
Čajić (2014)	1	M0	0	0	0	Cementna kaša s konstantnim vodocementnim faktorom (w/c=0,44). Smanjuje se početna količina dodane vode koja se nadomješta vodom iz „Microblocka“.
		M1	10	0	0.8	
		M2	20	0	1.1	
		M3	30	0	1.6	
		M4	40	0	2	
Gaurina-Međimurec et al. (2017)	2	M0	0	0	0	Cementna kaša s konstantnim vodocementnim faktorom (w/c=0,44). Smanjuje se početna količina dodane vode koja se nadomješta vodom iz „Microblocka“. Volumen cementne kaše je držan konstantnim i iznosio je 600 ml.
		M1	10	0	0.8	
		M2	20	0	1.1	
		M3	30	0	1.6	
		M4	40	0	2	
Šeb (2018)	3	M0	0	0	0	Cementna kaša s konstantnim početnim vodocementnim faktorom (w/c=0,44). Dodavanjem „Microblocka“ povećava se udio vode te konačni vodocementni faktor raste (konačni w/c=0,65).
		M1	10	0	0.6	
		M2	20	0	0.7	
		M3	30	0	1	
		M4	40	0	1.1	
Kasunić (2019)	4	C0	0	0	0	Cementna kaša s konstantnim početnim vodocementnim faktorom (w/c=0,44). Dodavanjem dodatnih količina cementa u iznosu koji odgovara masi kvarcnog praha u „Microblocku“ smanjuje se konačni vodocementni faktor.
		C1	0	4.74	0.25	
		C2	0	9.46	0.3	
		C3	0	14.22	0.5	
		C4	0	18.96	0.4	
<b>Napomena:</b>						
M=oznaka ispitivanih kaša s dodatkom „Microblocka“						
C=oznaka ispitivanih kaša s dodatnim cementom						

Kao primjer za daljnje usporedbe može se uzeti oznaka 2-M3 pri čemu broj 2 označava seriju ispitivanja pod brojem 2 koju je provela Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017),

a M3 je oznaka ispitivanja koja se odnosi na ispitivanu cementnu kašu s dodatkom 30% „Microblocka“ na masu cementa.

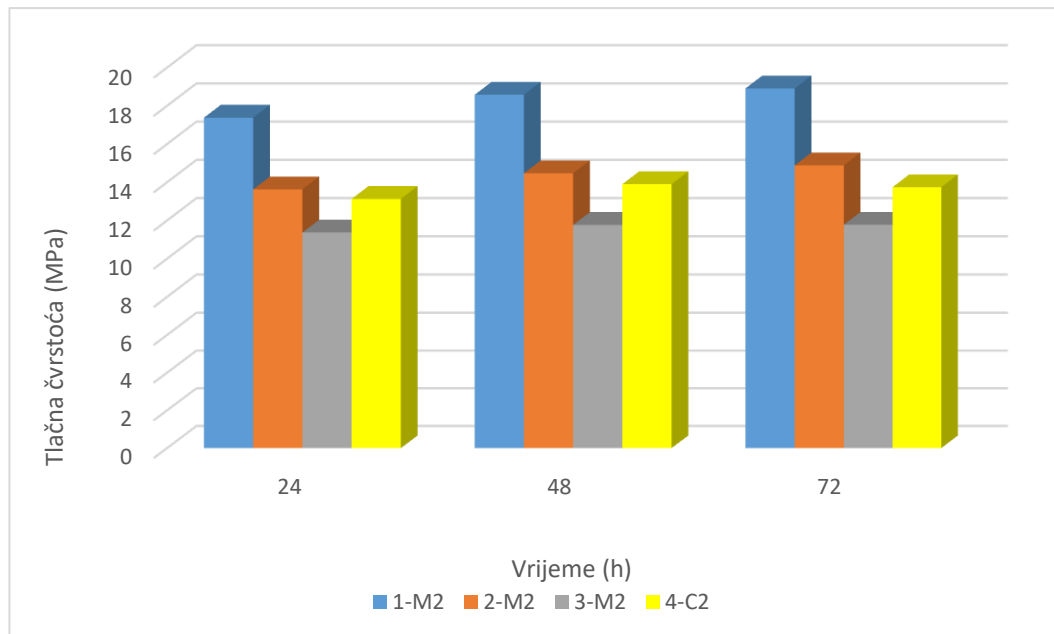
Na slici 5-14. prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka“ 10% i dodatnog cementa 4,74% u odnosu na masu cementa.



Slika 5-14. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 10% „Microblocka“ i 4,74% dodatnog cementa pri 90 °C

Kao što je vidljivo na slici 5-14., vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog kamena dobivene u ovom radu korištenjem dodatnih količina cementa uz smanjenje vodocementnog faktora (smanjen v/c s 0,44 na 36,99) su gotovo identične onima koje je u svojem istraživanju dobio Šeb (2018) dodavanjem „Microblocka“ (povećan v/c sa 0,44 na 0,65). Također, vidljivo je da je vrijednost tlačne čvrstoće cementnog kamena dvostruko manja od vrijednosti koje je dodavanjem „Microblocka“ dobio Čajić (2014). S porastom vremena ispitivanja pri temperaturi od 90 °C nisu primjetne velike oscilacije u vrijednostima tlačnih čvrstoća te su vrijednosti skoro konstantne.

Na slici 5-15. prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka“ 20% i dodatnog cementa 9,48% u odnosu na masu cementa.

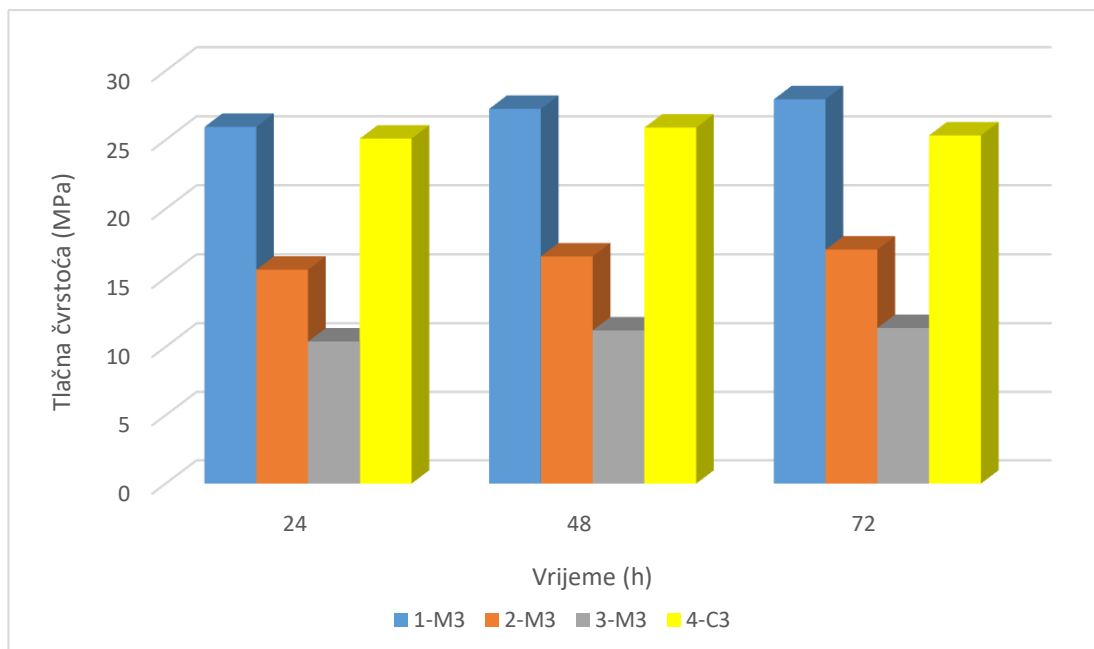


Slika 5-15. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 20% „Microblocka“ i 9,48% dodatnog cementa pri 90 °C

Nakon dodavanja „Microblocka“ u udjelu od 20% i cementa u udjelu od 9,48% pri 90 °C vidljiv je porast vrijednosti tlačne čvrstoće u svim slučajevima. Najveći porast primjetan je kod dodavanja cementa u omjeru od 9,48% gdje se vrijednost gotovo izjednačila s vrijednosti koje je dobila Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017). Povećanje vrijednosti iz ovog istraživanja u odnosu na ono koje je proveo Šeb (2018) može se objasniti tako što se kod njega povećavao vodocementni faktor, dok je vodocementni faktor u ovom istraživanju i onom kod Gaurine-Međimurec bio konstantan. S porastom vremena kod Čajića (2014) i Gaurine-Međimurec i suradnika (2017) primjetan je mali porast vrijednosti tlačne čvrstoće, dok su vrijednosti kod Šeba i u ovom ispitivanju gotovo konstantne te nema velike promjene s vremenom.

Na slici 5-16. prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka 30% i dodatnog cementa 14,22% u odnosu na masu cementa.

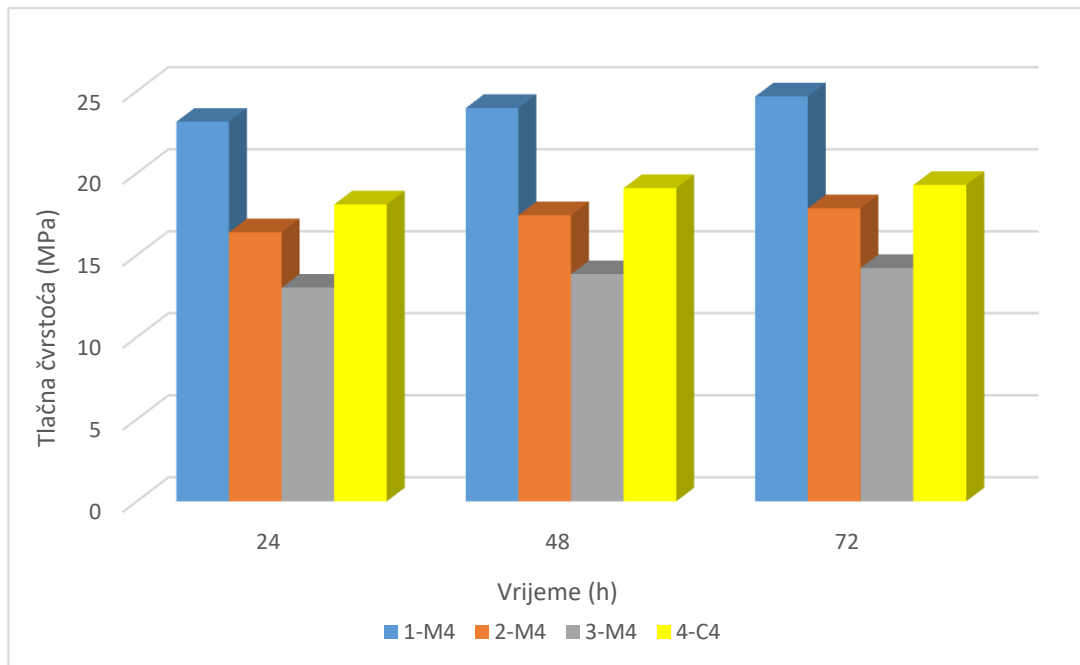




Slika 5-16. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 30% „Microblocka“ i 14,22% dodatnog cementa pri 90 °C

Iz slike 5-16. vidljivo je veliko povećanje vrijednosti tlačne čvrstoće dobiveno nakon povećanja omjera dodatnog cementa na 14,22% (oko 11 MPa). U odnosu na prethodne udjele „Microblocka“ i dodatnog cementa, ovdje se vrijednost tlačne čvrstoće izjednačila s vrijednostima koje je dobio Čajić (2014). Također, u odnosu na omjer dodatnog cementa od 9,48%, vrijednost tlačne čvrstoće se udvostručila. Općenito, vrijednosti tlačne čvrstoće pri temperaturi od 90 °C su se povećale u svim ispitivanjima osim kod Šeba (2018) gdje je vrijednost tlačne čvrstoće ostala identična kao i u prethodnom udjelu „Microblocka“ od 20%. U ovom ispitivanju i onom kod Šeba nije primjetno povećanje ili smanjenje vrijednosti tlačne čvrstoće s prolaskom vremena, dok je kod Čajića (2014) i Gaurine-Međimurec i suradnika (2017) primjetan mali porast vrijednosti tlačne čvrstoće.

Na slici 5-17. prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka“ 40% i dodatnog cementa 18,96% u odnosu na masu cementa.



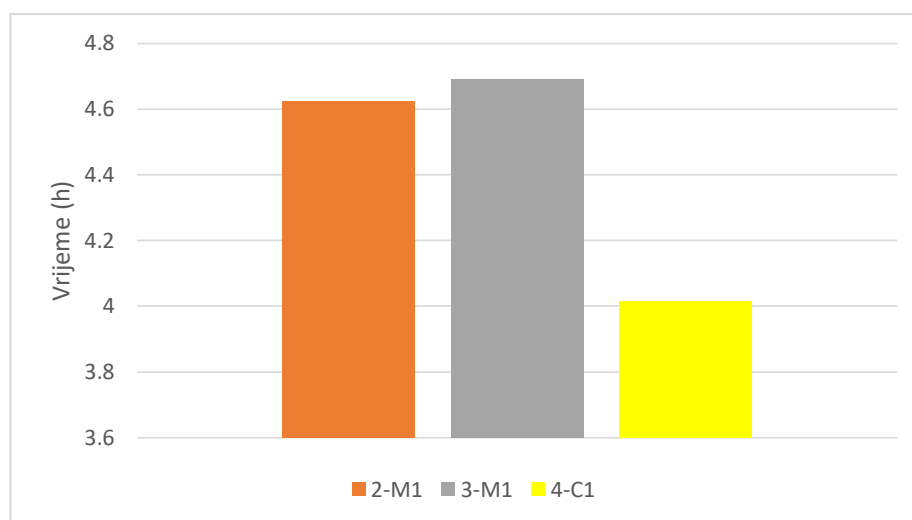
Slika 5-17. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednost tlačne čvrstoće za 40% „Microblocka“ i 18,96% dodatnog cementa pri 90 °C

Sa slike 5-17. je vidljivo da se pri temperaturi od 90 °C sve vrijednosti tlačne čvrstoće smanjuju u odnosu na prethodni omjer od 14,22% osim kod ispitivanja Gaurine-Međimurec i suradnika (2017) gdje je vrijednost ostala gotovo identična, dok je najveće smanjenje vrijednosti tlačne čvrstoće u odnosu na prethodni omjer vidljivo u ovom ispitivanju (razlika od 6 MPa). Također, u svim ispitivanjima je vidljiv mali porast vrijednosti tlačne čvrstoće s povećanjem vremena ispitivanja.

Nažalost, s obzirom da zbog objektivnih razloga nije bilo moguće provesti ispitivanja utjecaja dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena na temperaturama od 120 °C i 150 °C, nije bilo niti moguće provesti usporedbu s rezultatima prijašnjim ispitivanjima. Za očekivati je da bi se tek na većim temperaturama uvidjele znatnije razlike u tlačnoj čvrstoći cementnog kamena s „Microblockom“ i dodatnim cementom što bi pomoglo u odluci o njihovoj primjeni u praksi .

Na slikama 5-18., 5-19., 5-20., i 5-21. prikazana su i uspoređena vremena potrebna za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa kod Gaurine-Međimurec i suradnika (2017), Šeba (2018) i u ovom radu, dok kod Čajića (2014) ta vremena nisu bila prikazana.

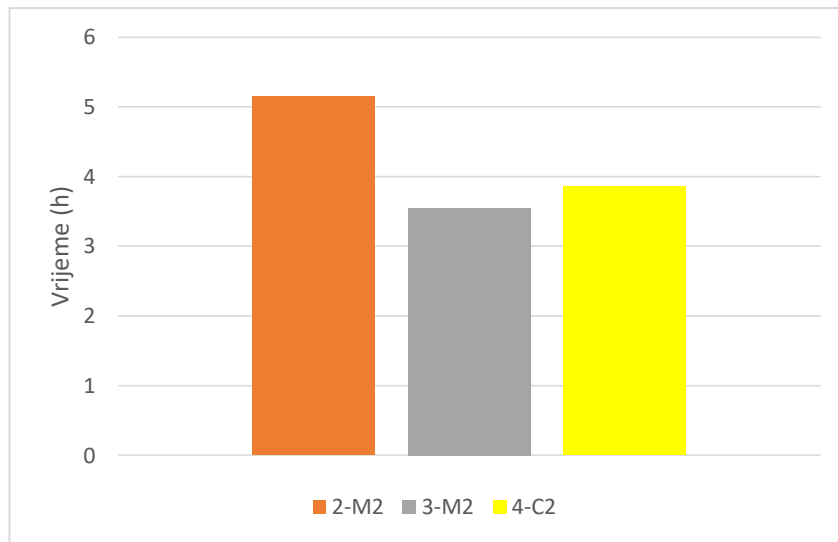
Na slici 5-18. prikazana je usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 10% „Microblocka“ i 4,74% dodatnog cementa pri 90 °C.



Slika 5-18. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 10% „Microblocka“ i 4,74% dodatnog cementa pri 90 °C

Iz slike 5-18. vidljivo je da su vremena potrebna za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa kod Gaurine-Međimurec i suradnika (2017) i Šeba (2018) vrlo slična dok je vrijeme čekanja na stvrdnjavanje (WOC) iz ovog rada kraće u prosjeku za 39 minuta.

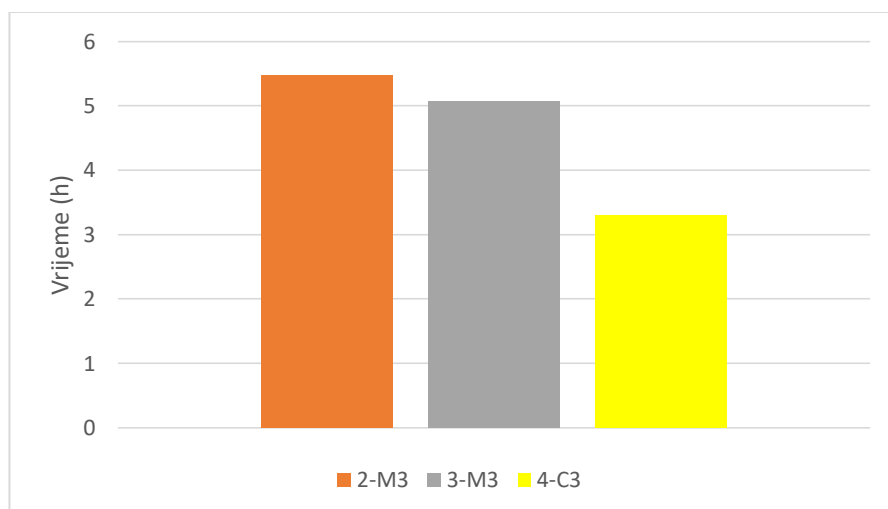
Na slici 5-19. prikazana je usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 20% „Microblocka“ i 9,48% dodatnog cementa pri 90 °C.



Slika 5-19. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 20% „Microblocka“ i 9,48% dodatnog cementa pri 90 °C.

Iz slike 5-19. vidljivo je da su vremena potrebna za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa kod Šeba (2018) i u ovom radu vrlo slična i manja od onog kod Gaurine-Međimurec i suradnika (2017). Također, kod Šeba (2018) je primjetan veliki pad vremena za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa, dok je vrijeme kod Gaurine-Međimurec i suradnika (2017) malo povećano, a u ovom radu malo umanjeno što je pozitivno.

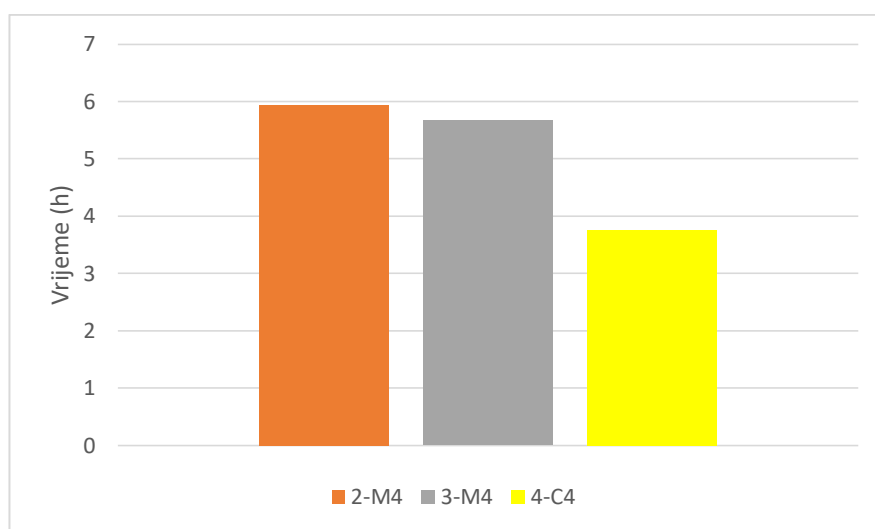
Na slici 5-20. prikazana je usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 30% „Microblocka“ i 14,22% dodatnog cementa pri 90 °C.



Slika 5-20. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 30% „Microblocka“ i 14,22 % dodatnog cementa pri 90 °C.

Na temelju rezultata prikazanih na slici 5-20. može se zaključiti da je u ovom ispitivanju došlo do skraćenja vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa u odnosu na prethodni udjel dodatnog cementa od 9,48%. Također, vidljivo je znatno povećanje vremena potrebnog za postizanje 3,5 MPa kod Šeba (2018) te se to vrijeme gotovo izjednačilo s onim koje je dobila Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017).

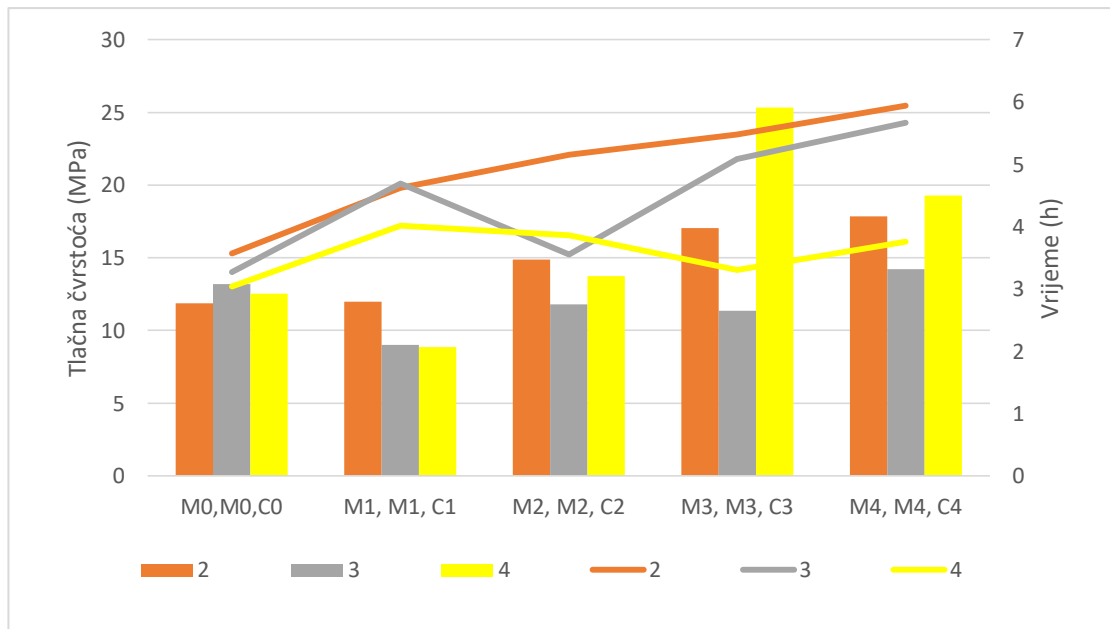
Na slici 5-21. prikazana je usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 40% „Microblocka“ i 18,96% dodatnog cementa pri 90 °C.



Slika 5-21. Usporedba vremena potrebnog za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa za 40% „Microblocka“ i 18,96 % dodatnog cementa pri 90 °C.

Sa slike 5-21. vidljivo je da je u svim ispitivanjima vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće 3,5 MPa povećano u odnosu na mjerenja s manje „Microblocka“ i manjim omjerom dodatnog cementa.

Na slici 5-22. su na jednom mjestu uspoređene vrijednosti postignute tlačne čvrstoće nakon 72 h te vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa koje su dobivene u istraživanjima Gaurine-Međimurec i suradnika (2017), Šeba (2018) i ovom istraživanju.



Slika 5-22. Usporedba vrijednosti postignute tlačne čvrstoće nakon 72 h te vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa

Iz slike 5-22. vrlo jasno je vidljivo da vrijednosti tlačne čvrstoće i vremena potrebnog za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa kod Gaurine-Međimurec i suradnika (2017) imaju trend porasta. Kod Šeba (2018) je dodavanjem „Microblocka“ u manjem omjeru (10%) prvotno došlo do smanjenja vrijednosti tlačne čvrstoće, no nakon prvotnog pada dolazi do blagog porasta vrijednosti, dok vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa u početku raste da bi kod vrijednosti od 20% „Microblocka“ značajno padne nakon čega ponovno raste. Vremena potrebna za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa kod Gaurine-Međimurec (2017) i Šeba (2018) su gotovo identična te prate sličan trend porasta, osim u slučaju dodatka 20% „Microblocka“ kod Šeba (2018) gdje vrijeme značajno odstupa od trenda porasta te je znatno niže od ostalih vrijednosti. Vrijeme potrebno za postizanje vrijednosti tlačne čvrstoće od 3,5 MPa u ovom ispitivanju u početku pokazuje rast da bi se nakon početnog udjela dodatnog cementa od 4,74% potrebno vrijeme počelo smanjivati do vrijednosti od 3 h i 18 min kod udjela dodatnog cementa od 14,22%, nakon čega, kod posljednjeg mjerenja vrijednost ponovo raste.

Uzevši u obzir sve podatke sa slike 5-22. i nakon uspoređivanja tih podataka može se doći do zaključka da je za zadanu temperaturu od 90 °C najbolji udjel dodatnog cementa od 14,22% jer je s tim udjelom postignuta najveća vrijednost tlačne čvrstoće nakon 72 h uz daleko najkraće vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa. Također, kod

tog udjela nema prevelikih oscilacija u vrijednostima kroz period mjerenja od 72 h, no potrebna su daljnja mjerenja kroz dulje vrijeme kako bi se utvrdilo da li se taj trend i dalje nastavlja.

## 6. ZAKLJUČAK

Cilj ovog rada prvenstveno je bio, koristeći vrlo jednostavan sastav cementne kaše, ispitivanje utjecaja dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, te usporedba dobivenih rezultata s rezultatima prijašnjih ispitivanja u kojima je korišten aditiv „Microblock“ ( suspenzija kvarcnog praha u vodi).

U diplomskom radu prikazani su rezultati ispitivanja utjecaja dodavanja dodatnih količina cementa u cementnu kašu na njena svojstva i na tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Dodavanjem cementa u cementnu kašu njena viskoznost se povećava što zahtijeva dodavanje dispergatora kako bi se cementnu kašu uopće moglo zamiješati.

Iz prikazanih rezultata ispitivanja i njihove usporedbe s rezultatima prethodno provedenih ispitivanja može se zaključiti da pri temperaturi od 90 °C vrijednosti tlačne čvrstoće blago rastu s dodavanjem „Microblocka“ dok kod dodavanje cementa vrijednost prvotno pada da bi nakon toga značajno rasla s povećanjem udjela dodatnog cementa do 14,22% nakon čega ponovo vrijednost pada. U ispitivanjima obavljenima u okviru ovog rada, vrijednosti tlačne čvrstoće pri temperaturi od 90 °C bile su vrlo slične onim vrijednostima koje je dobila Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017) korištenjem „Microblocka“ i uz konstantan vodocementni faktor (0,44).

Mnogo veće vrijednosti tlačne čvrstoće koje je dobio Čajić (2014) mogu se objasniti time što je kod njegovog ispitivanja vodocementni faktor smanjivan s dodatkom „Microblocka“, dok su kod Šeba (2018) vrijednosti tlačne čvrstoće bile manje nego u ostalim ispitivanjima jer se kod njega vodocementni faktor povećavao s dodavanjem „Microblocka“.

Ispitivanjem je utvrđeno da je, pri temperaturi od 90 °C, cementni kamen nastao očvršćavanjem cementne kaše s 14,22% dodatnog cementa postigao najveću vrijednost tlačne čvrstoće uz najkraće vrijeme potrebno da se postigne vrijednost tlačne čvrstoće od 3,5 MPa. I ovo je ispitivanje potvrdilo da je na brzinu hidratacije kao i na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, osim tlaka, temperature i sastava cementne kaše, utjecao i vodocementni faktor.

Nažalost, zbog velike količine posla i zauzetosti uređaja za mjerenje tlačne čvrstoće (ultrazvučnog analizatora – UCA) u cementacijskom laboratoriju tvrtke CROSCO, naftni



servisi d.o.o., nije bilo moguće izvršiti planirana ispitivanja utjecaja dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću pri temperaturama od 120 °C i 150 °C. Stoga je potrebno izvršiti dodatna ispitivanja utjecaja dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena na tim temperaturama kako bi se dobiveni rezultati mogli u potpunosti usporediti s rezultatima prethodnih istraživanja. Time bi se dobila jasnija slika utjecaja „Microblocka“ i dodatnog cementa na svojstva cementne kaše i cementnog kamena pri višim temperaturama. Također, bilo bi korisno provesti ispitivanja, utjecaja „Microblocka“ i dodatnog cementa na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, koja bi trajala dulje od 72 sata.

U svakom slučaju, provedena ispitivanja su od iznimne važnosti za primjenu dodatnog cementa u praksi kako bi se postigao cementni kamen odgovarajućih svojstava i dugotrajna izoliranost ugrađene kolone zaštitnih cijevi i probušenih stijena te spriječila izakolonska migracija fluida.

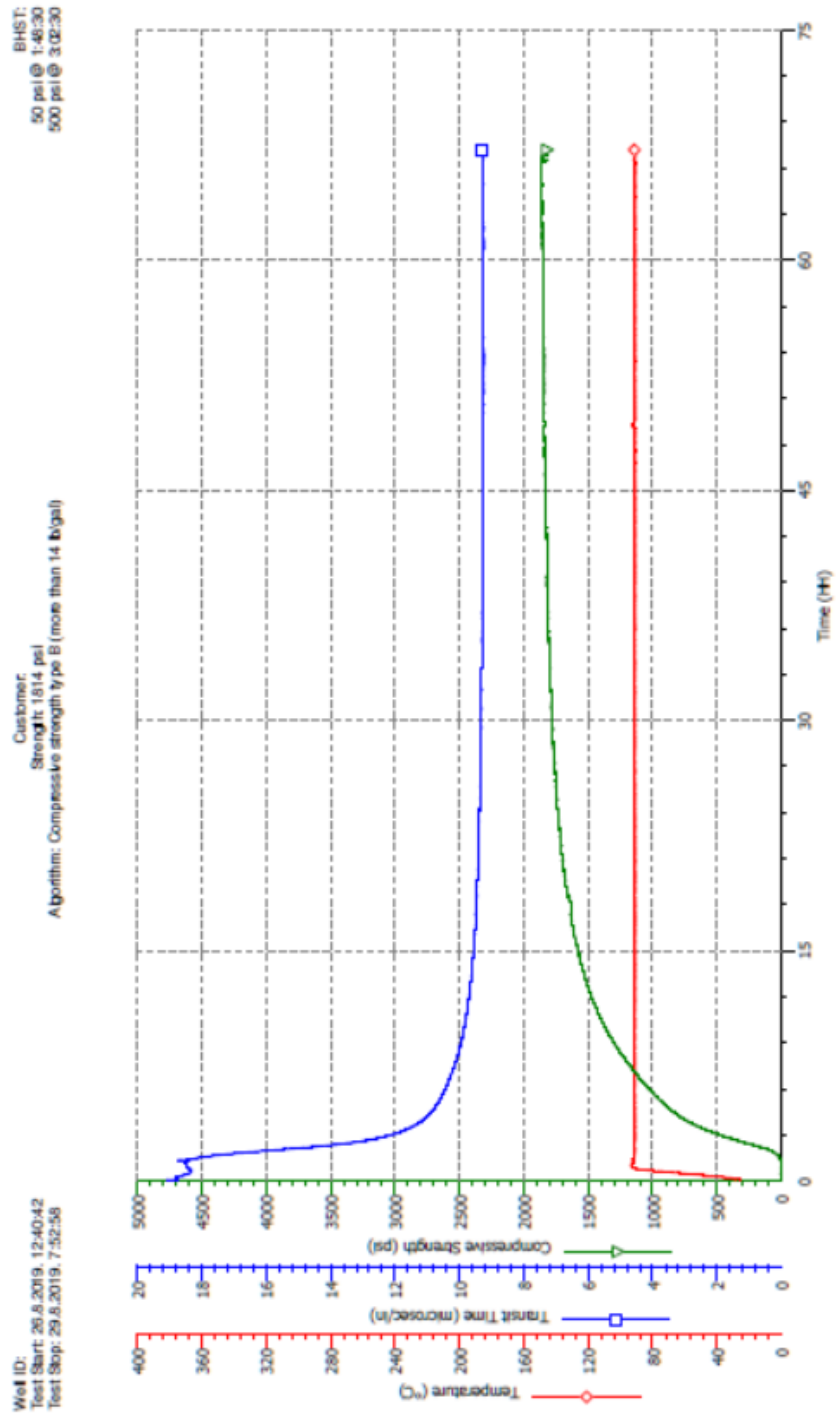
## 7. LITERATURA

1. API RP 10B: Recommended Practice for Testing Oil Well Cements and Cement Additives, 20th Edition, API Division of Production, Dallas, 1990.
2. API Spec. 10A: Specification for Cements and Materials for Well Cementing, 23rd Edition, American Petroleum Institute, Dallas, 2002.
3. ČAJIĆ, A.; Utjecaj kvarcnog praha na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, diplomski rad, Rudarsko-geološko-naftni fakultet, Zagreb, 2014.
4. GAURINA-MEĐIMUREC, N., SEDIĆ, K., ČAJIĆ, A., MATIJEVIĆ, A.: Effect of Microblock on the Compressive Strength of Portland Cement at Elevated Temperatures, Proceedings of the ASME 2017 36th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering held in Norway, Trondheim, June 25-30 2017.
5. GAURINA-MEĐIMUREC, N.: Predavanja iz kolegija Bušotinski fluidi 2, ak. god. 2017/2018., Rudarsko-geološko-naftni fakultet u Zagrebu
6. GIBSON, S.: Novel Solution to Cement Strength Retrogression, Presented at the SPE/IADC Drilling Conference and Exhibition held in Amsterdam, The Netherlands, 1-3 March 2011.
7. HEWLETT, P.C.: Lea's Chemistry of Cement and Concrete, Fourth Edition, Elsevier Science & Technology Books, 2004.
8. NELSON, E.B.: Well Cementing, Dowell Schlumberger Educational Services, Houston, USA, 1990.
9. REVIL, P., LENDE, G., JUSTNES, H.: Successful Use of a Liquid Strength Retrogression Prevention Additive, Presented at the Offshore Mediterranean Conference and Exhibition held in Ravenna, Italy, March 28-30, 2007.
10. SAUNDERS, C.D., WALKER, W.A.: Strength of Oil Well Cements and Additives Under High Temperature Well Conditions, The Fall Meeting of the Petroleum Branch, AIME, San Antonio, Texas, USA, 17-20 October, 1954.
11. SMITH, D.K.: Cementing, Volume 4, H.L. Doherty Series, Second Printing, New York, USA, 1976.
12. ŠEB, M.: Utjecaj „Microblock“-a na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena, diplomski rad, Rudarsko-geološko-naftni fakultet, Zagreb, 2018.

Web izvori:

13. OFI Testing Equipment, 2019 (a)  
URL:<https://www.yumpu.com/en/document/read/24913922/manual-compressive-strength-tester-ofi-testing-equipment-inc>; (5.12.2019.)
14. OFI Testing Equipment, 2019 (b)  
URL:<https://www.yumpu.com/en/document/read/22722818/automatic-compressive-strength-tester-ofi-testing-equipment-inc>; (5.12.2019.)
15. OFI Testing Equipment, 2019 (c)  
URL:<http://www.ofite.com/products/cement-testing/compressive-strength/product/2388-curing-chamber>; (5.12.2019.)
16. OFI Testing Equipment, 2019 (d)  
URL:<http://www.ofite.com/products/cement-testing/product/91-ultrasonic-cement-analyzer-single-cell-20-ksi>; (5.12.2019.)
17. OFI Testing Equipment, 2019 (e)  
URL:<http://www.ofite.com/products/cement-testing/product/248-cement-permeameter>; (5.12.2019.)
18. OFI Testing Equipment, 2019 (f)  
URL:<http://www.ofite.com/products/frac-stimulation/product/2323-model-20-constant-speed-blender-for-fracturing-fluids-1-liter>; (5.12.2019.)
19. CHANDLER ENGINEERING, 2019  
URL:<https://www.chandlereng.com/products/oilwellcementing/consistometers/atmospheric-consistometers/model1200and1250>; (5.12.2019.)

Prilog 1. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatnog cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata

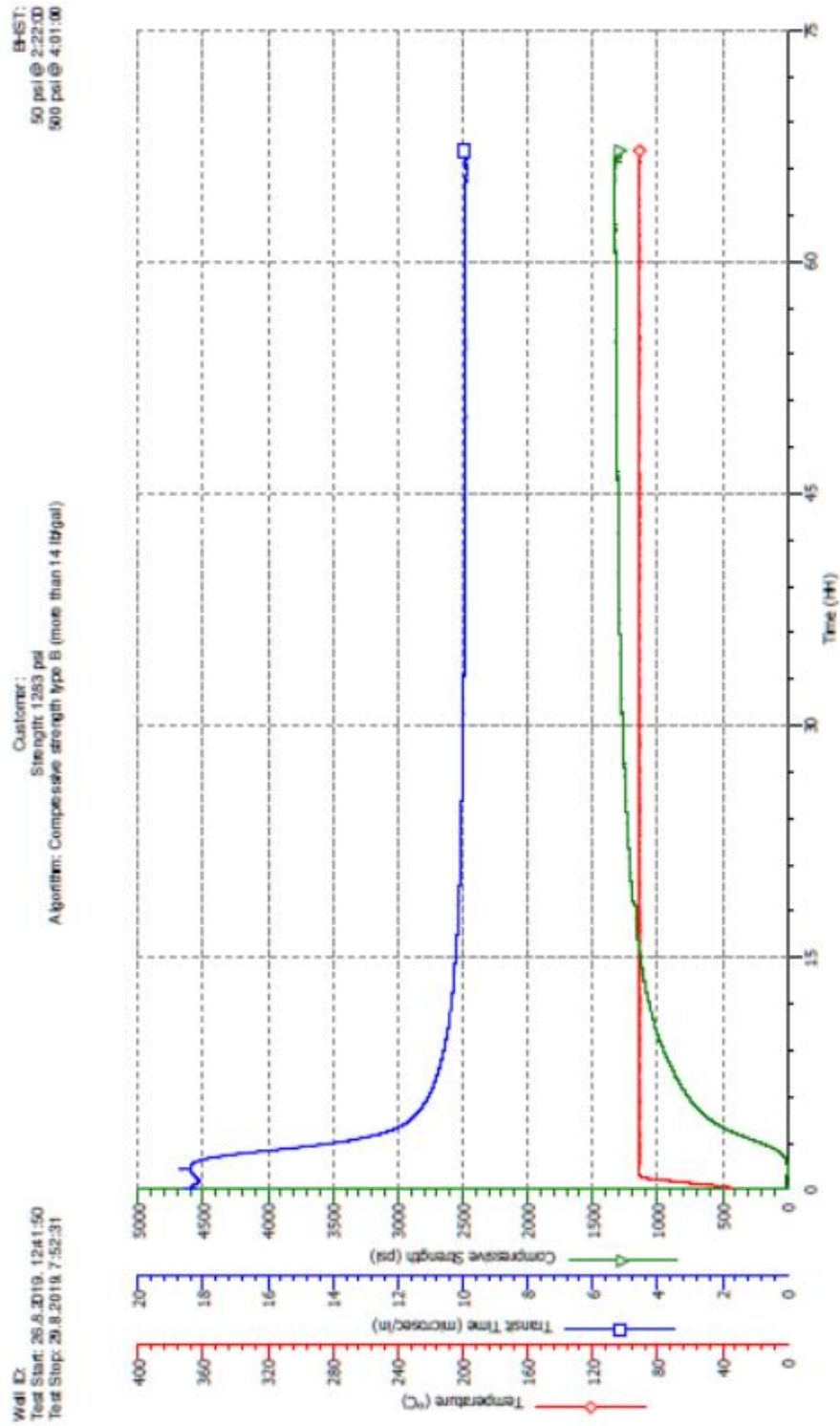


**CHANDLER**  
ENGINEERING

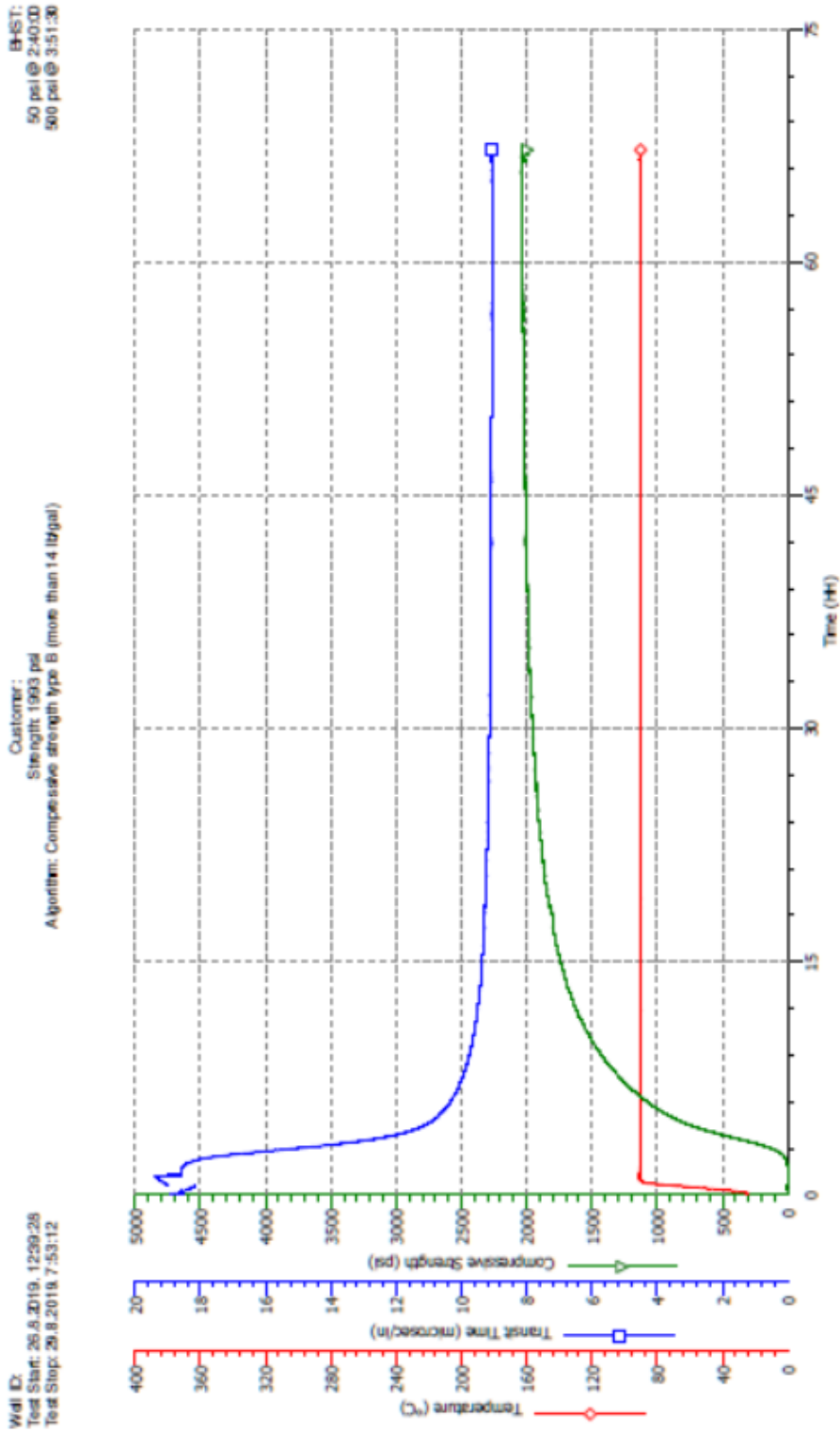
Test File Name: LCA2-analiza 10 utjecaj kvarnog pražnjenja na tlačnu čvrstoću 0%  
 Printed: 29.10.2019, 14:06:54

Page 1

Prilog 2. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 4,74% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



Prilog 3. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 9,48% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata

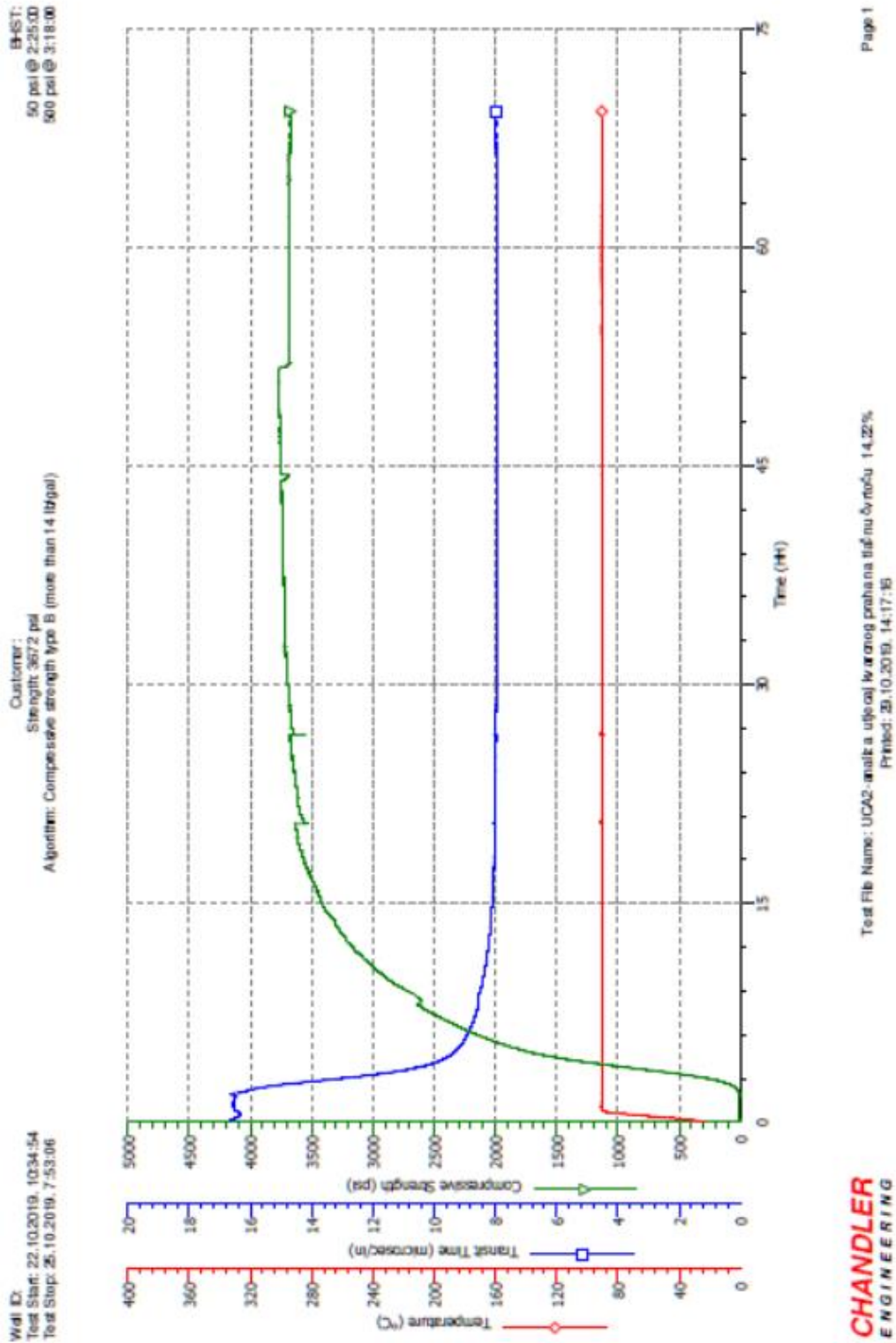


**CHANDLER**  
ENGINEERING

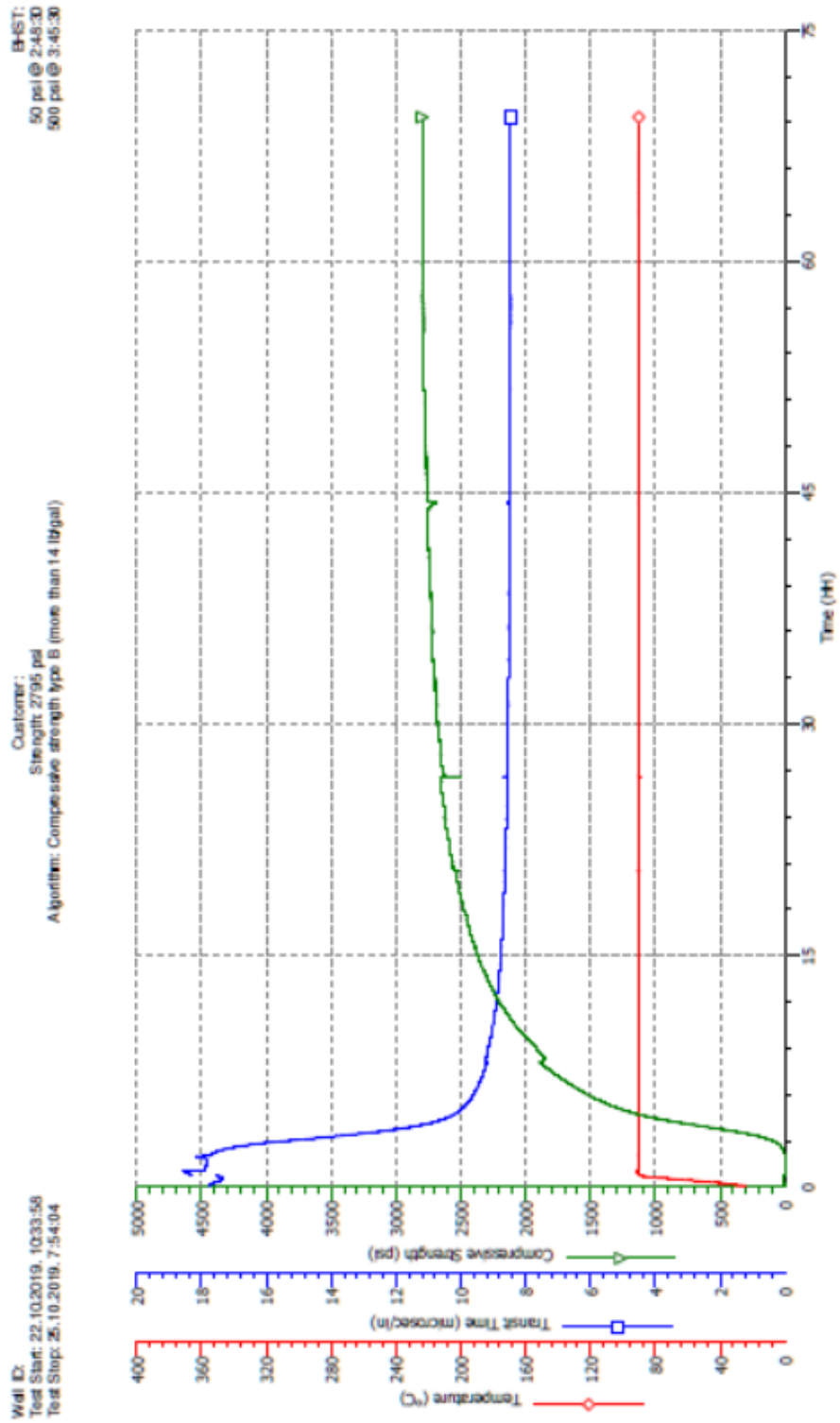
Test File Name: UCA1 - analit a5 uljecaj kvarenog praha na tlačnu čvrstoću 9,48%  
Printed: 29.10.2019. 14:15:36

Page 1

Prilog 4. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 14,22% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



Prilog 5. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak cementa od 18,96% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 25 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata





## **IZJAVA**

Izjavljujem da sam diplomski rad pod nazivom „ Utjecaj povećanja udjela cementa umjesto dodavanja „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog“ izradio samostalno na temelju znanja i vještina stečenih na Rudarsko-geološko-naftonom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu i uz korištenje navedene literature.

---

Lovro Kasunić