

Utjecaj "Microblock"-a na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena

Šeb, Matej

Master's thesis / Diplomski rad

2018

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:169:405619>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-11-05**



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 „MICROBLOCK“-A NA SVOJSTVA CEMENTNE
KAŠE I TLAČNU ČVRSTOĆU CEMENTNOG KAMENA**

Diplomski rad

Matej Šeb

N270

Zagreb, 2018.

UTJECAJ „MICROBLOCK“-A NA SVOJSTVA CEMENTNE KAŠE I TLAČNU
ČVRSTOĆU CEMENTNOG KAMENA

MATEJ ŠEB

Diplomski rad izrađen: Sveučilište u Zagreb
Rudarsko-geološko-naftni fakultet
Zavod za naftno inženjerstvo
Pierottijeva 6, 10 002 Zagreb

Sažetak

Cementacija 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 i njegova svojstva, klase cemenata, hidratacija cementne kaše i njeno očvršćavanje u cementni kamen, svojstva cementnog kamena, te su prikazani rezultati laboratorijskih ispitivanja utjecaja kvarcnog praha na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Za potrebe ispitivanja korišten je komercijalno dostupan aditiv trgovačkog naziva „Microblock“ koji je suspenzija finog kvarcnog praha u vodi. „Microblock“ se dodaje u cementnu kašu koja se primjenjuje u uvjetima visokih temperatura radi sprječavanja smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena. Ispitivanja su provedena s pet cementnih kaša s različitim udjelom „Microblocka“ te je prikazan utjecaj „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, ali i na svojstva cementne kaše.

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

Diplomski rad sadrži: 82 stranice, 16 tablica, 41 sliku, 15 priloga i 19 referenci.

Jezik izvornika: hrvatski

Diplomski rad pohranjen: Knjižnica Rudarsko-geološko-naftnog fakulteta
Pierottijeva 6, Zagreb

Voditelj: 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: 28. rujan 2018., Rudarsko-geološko-naftni fakultet, Sveučilište u Zagrebu

University of Zagreb
Faculty of Mining, Geology
and Petroleum Engineering

Master's thesis

EFFECT OF "MICROBLOCK" ON PROPERTIES OF CEMENT SLURRY AND ON
COMPRESSIVE STRENGTH OF SET CEMENT

MATEJ ŠEB

Thesis completed at: University of Zagreb
Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering
Department of Petroleum Engineering
Pierottijeva 6, 10002 Zagreb

Abstract

Cementation of casing string depends on composition and properties of cement slurry made by mixing of 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. In addition, results of laboratory testing of the way in which silica fume affects the properties of cement slurry and compressive strength of set cement are shown. The commercially available additive "Microblock" was used in laboratory testing. This is a suspension of silica fume in water. "Microblock" is added during operations in high temperature conditions to prevent set cement compressive strength retrogression. Five cement slurries with different amounts of "Microblock" have been tested. The results prove that adding the "Microblock" affects the compressive strength of set cement as well as the properties of cement slurry.

Key words: well cementing, cement slurry, silica fume, set cement, compressive strength

Thesis contains: 82 pages, 16 tables, 41 figures, 15 appendixes and 19 references.

Original in: Croatian

Thesis deposited at: The Library of Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering,
Pierottijeva 6, 10002 Zagreb

Supervisor: Full Professor Nediljka Gaurina-Međimurec, PhD

Reviewers: 1. Full Professor Nediljka Gaurina-Međimurec, PhD

2. Full Professor Zdenko Krištafor, PhD

3. Assistant Professor Borivoje Pašić, PhD

Date of defense: 28th September 2018, 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. PRETHODNA ISTRAŽIVANJA	3
3. BUŠOTINSKI CEMENT	16
3.1. Svojstva portland cementa	17
3.2. API klase cementa	17
4. HIDRATACIJA CEMENTNE KAŠE I OČVRŠĆAVANJE CEMENTNOG KAMENA.....	19
4.1. Brzina hidratacije	20
4.2. Tlačna čvrstoća cementnog kamena	22
4.3. Propusnost cementnog kamena	25
4.4. Otpornost cementnog kamena na djelovanje sulfata	27
5. LABORATORIJSKA ISPITIVANJA	29
5.1. Gustoća cementne kaše	33
5.2. Reološka svojstva cementne kaše	35
5.3. Vrijeme zgušćavanja	40
5.4. Filtracija cementne kaše	42
5.5. Izdvajanje slobodne vode.....	44
5.6. Tlačna čvrstoća	46
5.6.1. Ispitivanje tlačne čvrstoće na temperaturi od 90 °C i tlaku 35 MPa	48
5.6.2. Ispitivanje tlačne čvrstoće na temperaturi od 120 °C i tlaku 35 MPa	50
5.6.3. Ispitivanje tlačne čvrstoće na temperaturi od 150 °C i tlaku 35 MPa	52
5.6.4. Utjecaj temperature na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena s različitim udjelom „Microblocka“	54
5.7. Usporedba dobivenih rezultata ispitivanja utjecaja „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s rezultatima prethodnih istraživanja	60
6. ZAKLJUČAK.....	65
7. POPIS LITERATURE	66

POPIS TABLICA

Tablica 2-1. Sastav cementnih kaša	9
Tablica 2-2. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena	10
Tablica 2-3. Sastav ispitivanih cementnih kaša	12
Tablica 2-4. Razvoj tlačne čvrstoće	13
Tablica 2-5. Usporedba receptura cementnih kaša	15
Tablica 3-1. Tipičan sastav API klasa cementa i finoća mliva.....	18
Tablica 4-1. Oblici kvarca (SiO ₂) ovisno o prosječnoj veličini čestica	22
Tablica 5-1. Sastav ispitivanih cementnih kaša.....	31
Tablica 5-2. Vrijednosti gustoće ispitivanih cementnih kaša.....	34
Tablica 5-3. Očitane vrijednosti smičnog naprezanja ispitivanih cementnih kaša.....	37
Tablica 5-4. Izračunate vrijednosti smičnog naprezanja ispitivanih cementnih kaša.....	38
Tablica 5-5. Srednje vrijednosti smičnih naprezanja ispitivanih cementnih kaša.....	38
Tablica 5-6. Vrijednosti konzistencije u ovisnosti o udjelu „Microblocka“, mjereno u atmosferskom konzistometru.....	41
Tablica 5-7. Rezultati odrađivanja filtracije cementnih kaša s različitim udjelom „Microblocka“	44
Tablica 5-8. Ispitivanje količine slobodne vode ovisno o udjelu „Microblocka“	45
Tablica 5-9. Usporedba rezultata ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena	47

POPIS SLIKA

Slika 2-1. Ponašanje tlačne čvrstoće i propusnosti cementnog kamena pri temperaturi od 230 °C	4
Slika 2-2. Tlačna čvrstoća i propusnost cementnog kamena klase G s dodatkom 35% kvarca	4
Slika 2-3. Usporedba razvoja tlačnih čvrstoća cementnog kamena.....	6
Slika 2-4. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ na temperaturi od 150 °C i tlaku od 35 MPa	11
Slika 2-5. Utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena na temperaturi od 150 °C i tlaku od 35 MPa.....	14
Slika 4-1. Napredak procesa hidratacije minerala klinkera na sobnoj temperaturi	21
Slika 4-2. Utjecaj temperature i veličine čestica kvarca na tlačnu čvrstoću	23
Slika 4-3. OFITE Compressive Strength Tester – Manual a) i Compressive Strength Tester Automatic b).....	24
Slika 4-4. Autoklav komora za stvrdnjavanje	24
Slika 4-5. Ultrazvučni analizator (UCA) – Model 4265HT	25
Slika 4-6. Utjecaj temperature i veličine čestice kvarca na propusnost cementnog kamena za vodu.....	26
Slika 4-7. Uređaj za mjerenje propusnosti cementnog kamena	27
Slika 5-1. Miješalica cementne kaše upotrebljavana u radu a) i Model 20 Constant Speed Blender b).....	30
Slika 5-2. Dispergator CFR-3 kompanije Halliburton.....	33
Slika 5-3. Korištena vaga za isplaku a) i novi oblik vage za isplaku Metal Mud Balance b).....	33
Slika 5-4. Ovisnost gustoće cementnih kaša o udjelu vodene suspenzije kvarcnog praha („Microblock“)	34
Slika 5-5. Viskozimetar OFITE Model 800 korišten u radu a) i Model 1100 Viscometer b).....	35
Slika 5-6. Dijagram smičnih naprezanja ispitivanih cementnih kaša na temperaturi od 23 °C.....	39
Slika 5-7. Dijagram smičnih naprezanja ispitivanih cementnih kaša na temperaturi od 90 °C.....	39
Slika 5-8. Atmosferski konzistometar.....	40

Slika 5-9. Utjecaj „Microblocka“ na promjenu konzistencije cementne kaše s vremenom mjereno u atmosferskom konzistometru	41
Slika 5-10. API filter preša.....	43
Slika 5-11. Ovisnost volumena filtrata o udjelu „Microblocka“	44
Slika 5-12. Sušionik.....	45
Slika 5-13. Izdvajanje slobodne vode ovisno o udjelu „Microblocka“.....	46
Slika 5-14. Ultrazvučni analizator (UCA) korišten u radu.....	48
Slika 5-15. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ na temperaturi od 90 °C.....	49
Slika 5-16. Utjecaj „Microblocka“ na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću od 3,5 MPa na temperaturi od 90 °C.....	50
Slika 5-17. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ na temperaturi od 120 °C....	51
Slika 5-18. Utjecaj „Microblocka“ na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću od 3,5 MPa na temperaturi od 120 °C.....	52
Slika 5-19. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ na temperaturi od 150 °C....	53
Slika 5-20. Utjecaj „Microblocka“ na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću od 3,5 MPa na temperaturi od 150 °C.....	54
Slika 5-21. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“	55
Slika 5-22. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena sa dodatkom 10% „Microblocka“	56
Slika 5-23. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena sa dodatkom 20% „Microblocka“	57
Slika 5-24. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena sa dodatkom 30% „Microblocka“	58
Slika 5-25. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena sa dodatkom 40% „Microblocka“	59
Slika 5-26. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 10% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)	60
Slika 5-27. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 20% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)	61
Slika 5-28. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 30% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c).....	62
Slika 5-29. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 40% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)	63

POPIS PRILOGA

Prilog 1. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati.....	68
Prilog 2. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 10% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	69
Prilog 3. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 20% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	70
Prilog 4. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 30% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati.....	71
Prilog 5. Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 40% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	72
Prilog 6: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati.....	73
Prilog 7: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 10% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	74
Prilog 8: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 20% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	75
Prilog 9: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 30% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati.....	76
Prilog 10: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 40% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	77
Prilog 11: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati.....	78
Prilog 12: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 10% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	79
Prilog 13: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 20% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	80
Prilog 14: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 30% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati.....	81
Prilog 15: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 40% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata	82

POPIS KORIŠTENIH OZNAKA I JEDINICA

Oznaka	Jedinica	Opis
A	m ²	Površina poprečnog presjeka uzorka
BWOC	%	Na masu cementa (engl. <i>By Weight on Cement</i>)
CFR-3		Dispergator (engl. <i>Cement Friction Reducer</i>)
ΔP	P	
HSR <i>Resistance</i>)		Visoko sulfatno otporan cement (engl. <i>High Sulfate</i>
k	m ²	Propusnost uzorka cementnog kamena
μ	Paxs	Viskoznost vode
OPVF <i>packing volume fraction</i>)		Projektirana raspodjela veličine čestica (engl. <i>optimized</i>
Q	m ³ /s	Protok vode kroz uzorak
RCS <i>Silica</i>)		Respirabilni kristalinski kvarc (engl. <i>Respirable Crystalline</i>
t	min	Vrijeme ispitivanja
UCA		Ultrazvučni analizator (engl. <i>Ultrasonic Cement Analyzer</i>)
Uc		Jedinica konzistencije (engl. <i>Unit of consistency</i>)
V ₃₀	ml	Volumen filtrata nakon 30 minuta
V _t	ml	Volumen filtrata nakon vremena t
WOC		Čekanje na nastavak radova (engl. <i>Wait on cement</i>)
ZRCS <i>Crystalline Silica</i>)		Nerespirabilni kristalinski kvarc (engl. <i>Zero Respirable</i>

1. UVOD

Proces izrade kanala bušotine sastoji se od bušenja intervala do određene dubine prema prethodno pomno izrađenom projektu, a nakon čega slijedi ugradnja i cementacija zaštitnih cijevi kako bi se izolirao prethodno otvoreni dio kanala bušotine.

Ovo je naročito bitno jer ovako otvoren kanal bušotine može biti nestabilan i uzrokovati velike probleme. Naftnu industriju od samih početaka prate ovi problemi, te se jednako tako ulaže jako puno vremena, truda i novaca da se smanje štetne posljedice. Unatoč svemu česti su problemi prilikom izrade kanala bušotine, te također tijekom cementacije istog, jer ako cementacija nije učinjena na odgovarajući način može doći do erupcije, koja u najgorem slučaju često nosi i smrtne posljedice.

Svaki izrađeni kanal bušotine je drugačiji, jednako tako i svaki novi proces cementacije će biti drugačiji. Kako bi se smanjilo probleme prilikom obavljanja cementacije trebalo bi se dobro poznavati formaciju kroz koju se buši, dubinu, uvjete unutar kanala i slično, sve u cilju odabira odgovarajuće cementne kaše za tu bušotinu.

Nakon što se cementira do određene dubine potrebno je pričekati određeno vrijeme (engl. *By Weight on Cement-BWOC*), a koje je potrebno da cementna kaša otvrdne u cementni kamen odgovarajuće čvrstoće kako bi se bušenje moglo nastaviti bez daljnjih problema. Minimalna čvrstoća cementnog kamena koja omogućuje nastavak radova iznosi 3,45 MPa (Gaurina-Međimurec, 2013). Minimalna tlačna čvrstoća koju cementni kamen mora imati tijekom životnog vijeka bušotine je 6,9 MPa.

U ovom radu opisani su: povijest razvoja bušotinskih cementa za duboke bušotine, bušotinski cement i njegova svojstva, hidratacija cementne kaše i njeno očvršćavanje u cementni kamen, svojstva cementnog kamena, te su prikazani rezultati laboratorijskih ispitivanja utjecaja kvarca na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Za ispitivanja je korišten aditiv naziva „Microblock“ koji je suspenzija kvarcnog praha u vodi.

Cilj ovog diplomskog rada bio je utvrditi utjecaj dodavanja kvarcnog praha u cementnu kašu u različitim odabranim omjerima (10%, 20%, 30%, 40% na masu 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 kvarc, te dobivene rezultate

usporediti sa rezultatima autora Nediljke Gaurine-Međimurec i suradnika objavljenog 2014. godine, i sa rezultatima koje je dobio Anel Čajić u svom radu objavljenom 2014. godine.

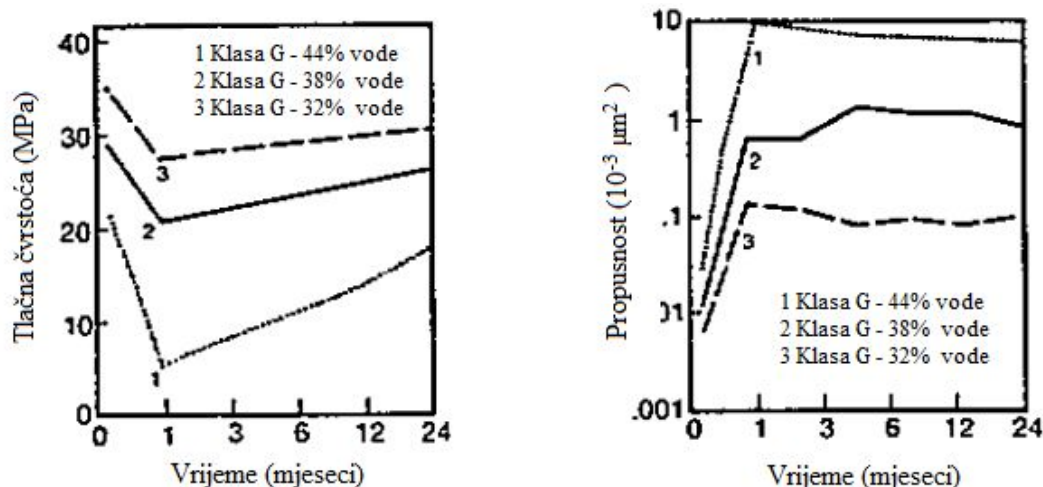
2. PRETHODNA ISTRAŽIVANJA

Postoje mnogi primjeri iz prakse vezani uz problem opadanja tlačne čvrstoće cementnog kamena s porastom temperature.

Sve do sredine 20. stoljeća smatrano je da s povećanjem temperature raste i tlačna čvrstoća cementnog kamena. U radu koji su objavili Saunders i Walker 1954. godine može se vidjeti kako to nije istina. Proveli su mnoga ispitivanja te su došli do zaključka da će se svakom cementnom kamenu na bazi portland cementa koji je podvrgnut visokim temperaturama smanjiti tlačna čvrstoća. Koristeći razne aditive uspjeli su tek smanjiti opadanje tlačne čvrstoće, ali ne i u potpunosti spriječiti.

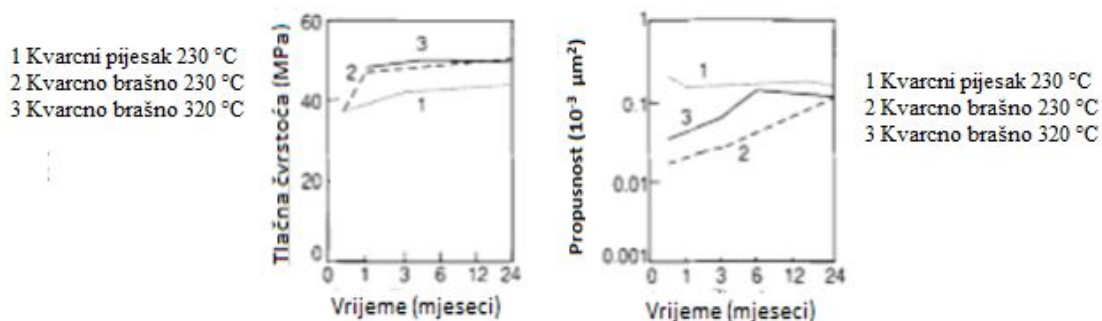
Nelson je u knjizi objavljenoj 1990. godine ukazao na moguće poteškoće vezane uz kemijska i fizikalna svojstva stijena i cementnih kaša koje dolaze u kontakt s njima. Ako cementna kaša nije pažljivo dizajnirana, može doći do smanjenja tlačne čvrstoće iz nje nastalog cementnog kamena i gubitka izolacije prstenastog prostora. Nelson je kroz ispitivanja pobliže pratio kemijska svojstva portland cementne kaše na povišenim temperaturama, te je dokazao kako će na povišenim temperaturama kalcij silikat hidrat (C-S-H gel), 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 opadanjem tlačne čvrstoće (engl. *strength retrogression*) prvi je objavio Swayze 1954. godine, potaknut razvojem ka bušenju dubokih bušotina (Nelson, 1990).

Na visokim temperaturama (višim od 110 °C) kalcij silikat hidrat prelazi u alfa dikalcij silikat hidrat (α -C₂SH), te dolazi do „sažimanja“ cementnog kamena, što dovodi do smanjenja njegove stabilnosti i tlačne čvrstoće. Iako tlačna čvrstoća cementnog kamena drastično opada još uvijek je dovoljna za nastavak radova. Veći problem je ustvari porast propusnosti cementnog kamena što je prikazano na slici 2-1.



Slika 2-1. Ponašanje tlačne čvrstoće i propusnosti cementnog kamena pri temperaturi od 230 °C (Nelson, 1990)

Dodatkom 35-40% kvarca na masu cementa, sprječava se prijelaz iz C-S-H gela u α -C₂SH, te će se sačuvati tlačna čvrstoća i mala propusnost kao što je prikazano na slici 2-2. Nelson je vršio ova ispitivanja koristeći cement klase G, vodu, 35% kvarca na masu cementa, a gustoća cementne kaše je iznosila 1917 kg/m³.



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

Također jedan od velikih problema, ponajviše s financijskog aspekta, ali i zdravstvenog, je gubitak 5-10% cementa u obliku praha tijekom prijevoza (Gibson, 2011). Uz ovo, moguće je da se zbog prijevoza i vibracija, koje su česta pojava dođe do segregacije komponenata, naročito zbog razlike u veličini čestica i gustoći. Zbog ovoga krajnji produkt može biti nezadovoljavajuće kvalitete, te može dovesti do raznih problema u radu.

Revil i suradnici objavili su 2007. godine rad u kojem su naveli rezultate svojih istraživanja u kojima su ispitivali utjecaj suspenzije kvarcnog praha pod nazivom „Microblock“, na sprječavanje smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena. Autori su istraživali prednosti upotrebe tekućeg aditiva u odnosu na kvarcni prah kod pripreme cementne kaše na bušaćim platformama. Primjena tekućeg aditiva, osim u cementacijskim radovima naišla je na primjenu i u drugim djelatnostima iz područja naftnog rudarstva kao što su remontni radovi ili izrade bušotina (Revil et al., 2007).

Praktičnu primjenu ovakav tekući aditiv doživio je pri cementiranju pod povećanim tlakom u bušotinama na norveškom dijelu Sjevernog mora. Cementacija se sastojala od utiskivanja 35 m³ cementne kaše gustoće 1900 kg/m³ kroz perforacije u lajneru promjera 139,7 mm u prstenasti prostor (Revil et al., 2007). Temperatura na dnu bila je 130 °C, te je ovo zahtijevalo upotrebu aditiva za sprečavanje opadanja tlačne čvrstoće cementnog kamena. Aditiv koji se koristio bio je „Microblock HT“ u koncentraciji od 265 litara na 1000 kilograma cementa što je odgovaralo količini od 35% kvarcnog praha na količinu cementa (Revil et al., 2007). Cementna kaša je imala filtraciju 91 ml, dok izdvajanja slobodne vode nije bilo. Vrijeme očvršćavanja cementne kaše u cementni kamen iznosilo je 5 sati (Revil et al., 2007).

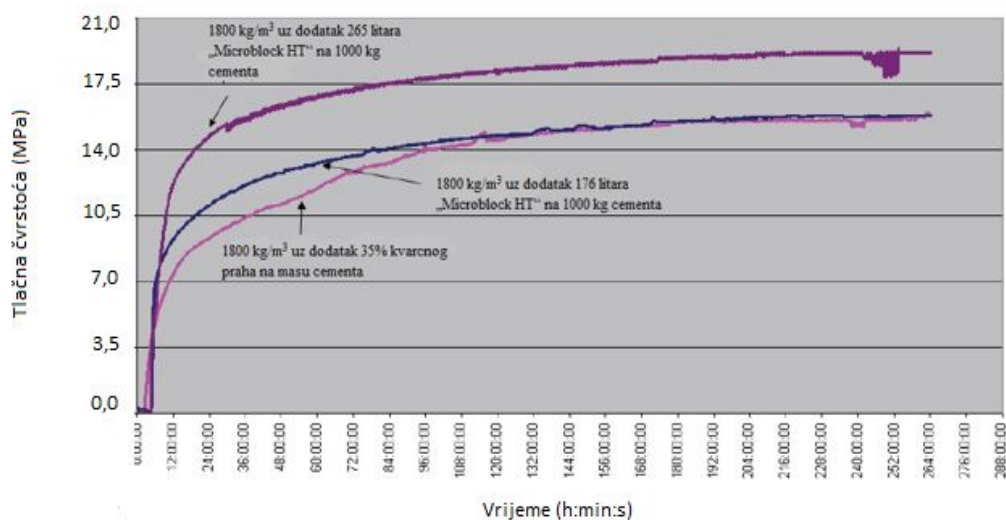
Rezultati ispitivanja nakon obavljenih radova pokazali su kako nije došlo do smanjenja tlačne čvrstoće. Kako se upotreba aditiva „Microblock HT“ pokazala uspješnom, primijenjen je i za još neke radove gdje upotreba konvencionalnog kvarcnog praha nije bila opravdana s ekonomskog ili nekog drugog gledišta.

Sarah Gibson je u svom radu objavljenom 2011. godine navela niz prednosti korištenja suspenzije kvarcnog praha kao što su:

1. eliminacija rizika od udisanja prašine kvarca i vezano uz to zdravstvenih poteškoća,
2. nije potrebno čišćenje spremnika,
3. bolja kvaliteta miješanja cementne kaše,
4. reprezentativniji uzorci za laboratorijsko ispitivanje,
5. neiskorištene zalihe mogu se vratiti dobavljaču ili skladištiti za daljnju uporabu,
6. suspenzija kvarcnog praha također sprječava migraciju plina prstenastim prostorom te poboljšava razvoj tlačne čvrstoće.

Kroz ispitivanja Gibson je uspoređivala utjecaj kvarcnog praha na sprječavanje smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena s utjecajem aditiva „Microblock HT“. Kako bi se postigao omjer od 35% suhog kvarcnog praha na masu cementa „Microblock HT“ je dodan u koncentraciji od 265 litara na 1000 kilograma cementa. S navedenom količinom „Microblock HT“ aditiva postiže se gustoća cementne kaše od 1900 kg/m^3 .

Međutim pokazalo se da će ovako pripremljena cementna kaša imati visoke vrijednosti viskoznosti, što je dovelo do sumnje u mogućnost miješanja cementne kaše i njene pumpabilnosti te je tako gustoća smanjena na 1800 kg/m^3 dok je koncentracija aditiva „Microblock HT“, tj. suspenzije kvarcnog praha ostala ista, odnosno 265 litara na 1000 kilograma cementa. Rezultati ispitivanja prikazani su na slici 2-3.



Slika 2-3. Usporedba razvoja tlačnih čvrstoća cementnog kamena (Gibson, 2011)

Cementna kaša s dodatkom „Microblock HT“ od 176 litara na 1000 kilograma cementa postiže tlačnu čvrstoću cementnog kamena nešto višu od tlačne čvrstoće cementnog kamena za suhi kvarcni prah, dok su najviše vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog kamena postignute za slučaj kada je dodan „Microblock HT“ u koncentraciji od 265 litara na 1000 kilograma cementa. Prema dobivenim rezultatima Gibson preporučuje primjenu aditiva „Microblock HT“ u koncentraciji 176 litara na 1000 kilograma cementa do temperature od $148 \text{ }^\circ\text{C}$, dok se za više temperature preporučuje korištenje aditiva „Microblock HT“ u koncentraciji od 265 litara na 1000 kilograma cementa (Gibson, 2011).

U posljednjih nekoliko godina započeto je dosta projekata vezano uz sigurniju i praktičniju alternativu konvencionalnim cementnim kašama s dodatkom kvarca. Johnson i suradnici u radu objavljenom 2016. dotakli su se ovog problema uz pomoć kompanije Schlumberger, ali i cijelog odjela za cementaciju u Norveškoj. Kao cilj su naveli smanjenje, ili potpuno izbjegavanje udisanja kristalinskog kvarca (engl. *Respirable Crystalline Silica - RCS*). Uz to što je RCS vezan uz razne respiratorne bolesti, danas se zna da također može uzrokovati i karcinom pluća. Zbog toga je razvijen ZRCS kvarcni prah (engl. *Zero Respirable Crystalline Silica - ZRCS*). Uz to što se ovime riješilo prethodno navedene sigurnosne i zdravstvene probleme, cementna kaša u koju je dodavan ZRCS kvarc uspješno je korištena kod cementacije do ušća bušotine, te nije bilo potrebe za popravnim radovima (Johnson et al., 2016).

Prvotno predlagano rješenje bilo je dodavanje kvarca u fluid u obliku tekućine ili kašastog aditiva. Mnoge kompanije iz Norveške testirale su ovakav proizvod, međutim pokazalo se kako bi cementna kaša s tim aditivom imala loša reološka svojstva i čvrstoću gela, te kako ne bi bila pumpabilna, a čak ju ne bi bilo moguće ni promiješati.

Nakon ovoga razmatrana je mogućnost izdvajanja RCS čestica, no ovo nije došlo čak ni do laboratorijskih testiranja jer nije bilo praktično. Smatrano je da je potrebno 2 do 3 godine za financiranje i razvoj, te je zbog ovoga bio potreban drugačiji pristup.

Prije nego se krenulo u projekt, tzv. amorfnu kvarc uopće nije bio ni razmatran, iako se pokazalo da nije štetan za zdravlje. Iako se pokazalo da će smanjiti opadanje tlačne čvrstoće, ispitivanja provedena sa amorfnim kvarcom nisu bila uspješna. Pokazalo se kako ovakva cementna kaša neće biti kvalitetno promiješana na površini. Pokušalo se smanjiti gustoću ili povećati udio dispergatora, ali sve je bilo bezuspješno (Johnson et al., 2016).

Nakon ovog pokušalo se i s dodatkom krupnog pijeska (engl. *coars sand*). Iako su prethodni problemi i dalje bili očiti, dodatak krupnog pijeska poboljšao je reološka svojstva cementne kaše, što je bio znak da se ide u pravom smjeru.

Konačno, odlučilo se eksperimentirati koristeći tzv. OPVF (engl. *optimized packing volume fraction*) koncept. Ova tehnologija koristi projektiranu raspodjelu veličina čestice u svrhu povećanja količine čvrstih čestica u prahu. Budući da je količina čvrstih čestica visoka, propusnost i poroznost cementne kaše će biti niskih vrijednosti. Ovo će također dovesti i do veće otpornosti cementne kaše prema koroziji.

Zadnji stadij testiranja OPVF koncepta bio je ispitivanje u bušotinskim uvjetima. Ispitivanje razvoja tlačne čvrstoće cementnog kamena u simuliranim bušotinskim uvjetima provedeno je u ultrazvučnom analizatoru na temperaturi od 136 °C kroz vrijeme od mjesec dana. Tlačna čvrstoća cementne kaše najviše je rasla kroz prva četiri dana testiranja, te je postignuta maksimalna tlačna čvrstoća od 195 bar. Nakon navedene vrijednosti došlo je do pada čvrstoće sve do stabiliziranja na čvrstoći od 151 bar. Postojala je mogućnost da je ovo posljedica retrogresije čvrstoće cementnog kamena, ali pokazalo se da je razlog ovome prijelaz C-S-H gela u tobermorit, koji ima veliku čvrstoću, te je nepropustan (Johnson et al., 2016).

Razvojem ZRCS kvarca, te korištenjem optimalne raspodjele veličine čestica kvarca omogućena je zamjena za dotadašnji sustav izrade cementne kaše korištenjem kvarcnog praha koji se pokazao vrlo štetan za zdravlje.

Čajić (2014.) je istraživao utjecaj „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Sastavi cementnih kaša koje je koristio prikazani su u tablici 2-1. Ispitivano je 5 različitih cementnih kaša. U njima je varirao udjel „Microblocka“ od 0% do 40% i dispergatora od 0% do 2% na masu cementa.

Korišten je cement API klase G, a vodocementni faktor je bio konstantan te je iznosio 0,44, a obuhvaćao je dodanu vodu i vodu iz „Microblocka“.

Tablica 2-1. Sastav cementnih kaša (Čajić, 2014)

Cementna kaša		Aditivi			
		Cement	Voda	„Microblock“	Dispergator
1 (0 % <u>Microblock</u>)	masa (g)	793,80	349,27	-	-
	% na masu cementa	-	44,00	-	-
	volumen (ml)	249,6	350,3	-	-
2 (10 % <u>Microblock</u>)	masa (g)	770,00	300,30	77,00	6,16
	% na masu cementa	-	39,00	10,00	0,80
	volumen (ml)	242,10	301,20	55,00	5,30
3 (20 % <u>Microblock</u>)	masa (g)	750,00	255,00	150,00	8,25
	% na masu cementa	-	34,00	20,00	1,10
	volumen (ml)	235,80	255,80	107,10	7,10
4 (30 % <u>Microblock</u>)	masa (g)	700,00	203,00	210,00	11,20
	% na masu cementa	-	29,00	30,00	1,60
	volumen (ml)	220,10	203,60	150,00	9,60
5 (40 % <u>Microblock</u>)	masa (g)	700,00	168,00	280,00	14,00
	% na masu cementa	-	24,00	40,00	2,00
	volumen (ml)	220,10	168,50	200,00	12,00

Razvoj tlačne čvrstoće ispitan je u ultrazvučnom analizatoru pri tlaku od 35 MPa i temperaturama od 90 °C, 120 °C i 150 °C. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 2-2.

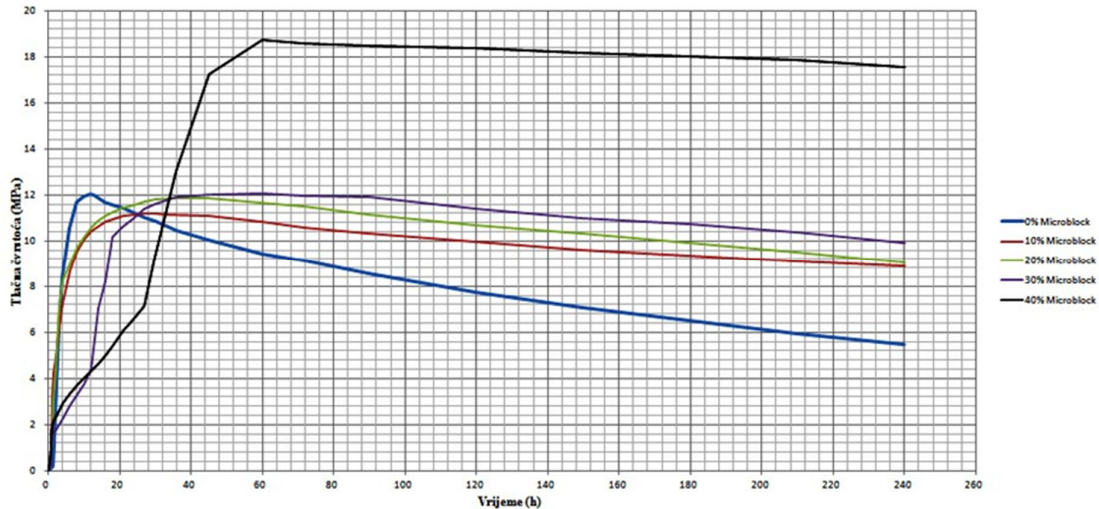
Tablica 2-2. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena (Čajić, 2014)

		Tlačna čvrstoća (MPa)				
		Udjel „Microblocka“ na masu cementa (%)				
		0	10	20	30	40
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
Vrijeme očvršćavanja (h)		Temperatura: 120 °C				
	24	16,02	9,71	13,18	16,55	12,31
	48	16,53	9,32	12,93	16,93	18,43
	72	16,43	8,99	12,59	17,17	20,69
Vrijeme očvršćavanja (h)		Temperatura: 150 °C				
	24	11,22	11,15	11,57	10,97	6,59
	48	9,91	11,04	11,8	12,04	17,57
	72	9,11	10,57	11,48	11,99	18,56

Iz tablice 2-2 vidljivo je kako se s povećanjem temperature od 90 °C do 150 °C čvrstoća cementnog kamena smanjuje za sva ispitivanja, neovisno o udjelu „Microblocka“. Ovo je primjetno već kod temperature od 120 °C, na temperaturi od 150 °C je još izraženije.

Također se vidi kako se i korištenjem manjeg udjela „Microblocka“ može uzrokovati opadanje čvrstoće cementnog kamena s vremenom te je ovo lošija solucija nego da se „Microblock“ uopće ne koristi.

Kao primjer na slici 2-4 prikazan je utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena pri temperaturi od 150 °C i tlaku 35 MPa (Čajić, 2017)



Slika 2-4. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ pri temperaturi 150 °C (Čajić, 2014)

Na temelju podataka prikazanih na slici 2-4 može se zaključiti da se prvotno dodatkom „Microblocka“ cementnoj kaši uzrokuje porast tlačne čvrstoće cementnog kamena. Najveću tlačnu čvrstoću od 17,57 MPa postigao je cementni kamen s udjelom 40% „Microblocka“ na masu cementa, a najmanju tlačnu čvrstoću postigao je cementni kamen s udjelom 0% „Microblocka“ u iznosu na masu cementa, te je ona iznosila 5,48 MPa. Međutim kako vrijeme odmiče vidljivo je da će doći do opadanja tlačne čvrstoće cementnog kamena.

Čvrstoća cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ počinje se smanjivati već nakon 12 sati, dok se čvrstoća cementnog kamena koji sadrži 40% „Microblocka“ na masu cementa počinje smanjivati nakon 65 sati.

Gaurina-Međimurec i suradnici (2017.) također su istraživali utjecaj „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena. Sastavi cementnih kaša koje su koristili prikazani su u tablici 2-3. Ispitivano je 5 cementnih kaša. U njima je također varirao udjel „Microblocka“ od 0% do 40% i dispergatora od 0% do 2% na masu cementa.

Korišten je cement API klase G, a vodocementni faktor je bio konstantan te je iznosio 0,44, a obuhvaćao je dodanu vodu i vodu iz „Microblocka“, te je sam sastav dosta sličan sastavu koji je koristio Čajić (2014.).

Tablica 2-3. Sastav ispitivanih cementnih kaša (Gaurina-Međimurec et al., 2017)

Uzorak cementne kaše	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)
CS0	793,8	249,6	349,27	44	350,3	0	0	0	0	0	0
CS10	766,4	241	296,9	38,74	297,8	76,64	10	55,9	6,13	0,8	5,2
CS20	747,6	235,1	250,3	33,48	251,1	149,52	20	106,8	8,22	1,1	7
CS30	726,9	228,6	205,13	28,22	205,8	218,07	30	155,8	11,63	1,6	9,9
CS40	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 = 0,44
 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, 120 °C i 150 °C. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 2-4.

Tablica 2-4. Razvoj tlačne čvrstoće (Gaurina-Međimurec et al., 2017)

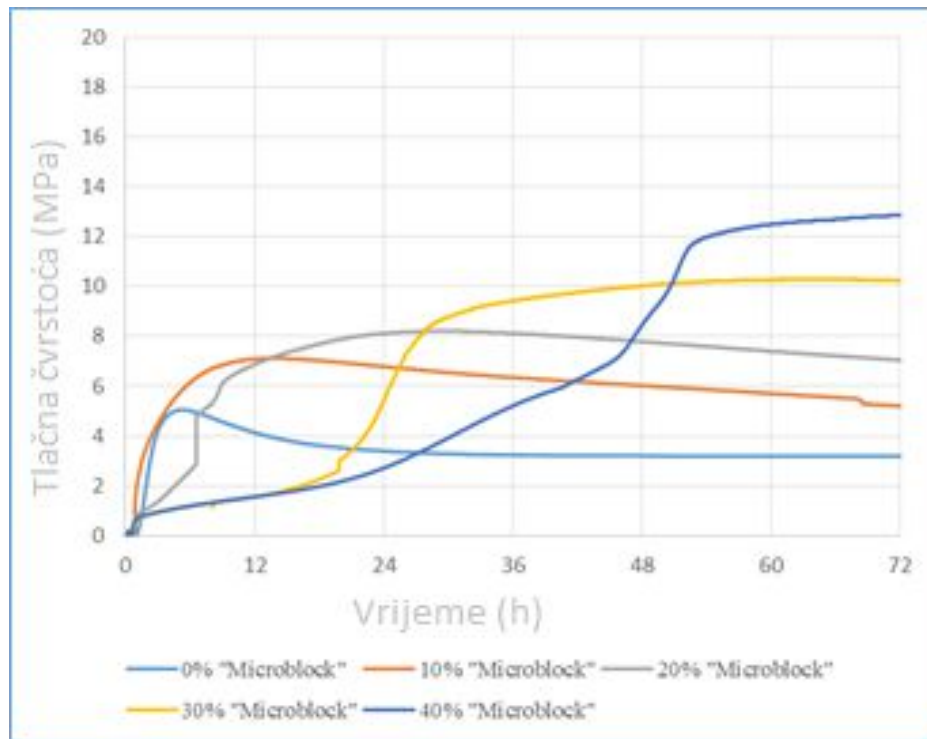
Uzorak cementa	„Microblock“ (%)	Uvjeti		Tlačna čvrstoća (MPa) nakon			Vrijeme proteklo do dostizanja (hh:mm:ss)	
		BHST (°C)	Tlak (MPa)	24 h	48 h	72 h	0,35 MPa (initial set time)	3,5 MPa (WOC time)
CS0	0	90	35	10,98	11,76	11,85	2:10:30	3:34:00
		120		12,07	12,16	11,98	1:20:00	2:04:30
		150		3,4	3,21	3,19	1:16:00	2:30:00
CS10	10	90		11,78	12,29	11,96	3:42:00	4:37:30
		120		8,41	8,2	7,78	1:18:00	1:30:00
		150		6,79	6,01	5,21	0:49:00	1:52:00
CS20	20	90		13,63	14,47	14,88	4:19:30	5:09:00
		120		10,66	10,78	10,46	1:20:30	1:31:30
		150		8,12	7,78	7,03	0:46:00	6:35:30
CS30	30	90		15,58	16,55	17,04	4:39:00	5:28:30
		120		12,71	13,16	13,53	1:30:30	1:43:30
		150		5,43	10,03	10,22	0:49:00	21:05:30
CS40	40	90	16,39	17,43	17,86	5:04:30	5:56:30	
		120	9,54	15,95	16,71	1:19:00	1:33:00	
		150	2,72	8,45	12,86	0:43:00	27:51:30	

Iz tablice 2-4 jednostavno je za očitati kako se s povećanjem temperature od 90 °C do 150 °C čvrstoća cementnog kamena drastično smanjuje za sve periode ispitivanja. Ovo je primjetno već kod temperature od 120 °C, a još je izraženije na temperaturi od 150 °C.

Također se vidi kako se i korištenjem manjeg udjela „Microblocka“ može uzrokovati opadanje čvrstoće cementnog kamena s vremenom.

Korištenjem „Microblocka“ u vrijednostima od 30% i 40% vidljivo je znatno povećanje čvrstoće cementnog kamena, čak i na većim temperaturama, međutim bit će potrebno znatno više vremena (21 do 25 sati pri temperaturi od 150 °C) da se postigne potrebna čvrstoća cementnog kamena kako bi se mogli nastaviti radovi.

Kao primjer na slici 2-5 prikazan je utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena pri temperaturi od 150 °C i tlaku 35 MPa (Gaurina-Međimurec et al., 2017)



Slika 2-5. Utjecaj „Microblocka“ na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena pri temperaturi od 150 °C i tlaku od 35 MPa (Gaurina-Međimurec et al., 2017)

Prema slici 2-5 može se zaključiti da porastom vremena mjerenja tlačna čvrstoća uzoraka cementnog kamena, izuzev onih koji sadrže 30%, odnosno 40% „Microblocka“ drastično se smanjuje i dovodi u pitanje kvalitetu cementacije, dok s druge strane postizanje potrebne tlačne čvrstoće za nastavak radova traje dosta dugo, i to je jedan od problema koji sigurno treba riješiti.

Provedena istraživanja su nastavljena te su za potrebe ovog rada ispitivane cementne kaše sličnog sastava, ali većih udjela vode, kao i različitih udjela dispergatora te su obiveni rezultati uspoređeni. Sastav cementnih kaša korištenih u ovom radu navedene su u tablici 5-1, dok su navedene recepture iz radova Gaurine-Međimurec i suradnika (2017.), Čajića (2014.) te receptura korištena u ovom radu uspoređene u tablici 2-5.

Tablica 2-5. Usporedba receptura cementnih kaša

"Microblock" (% BWOC)	v/c			Dispergator (% BWOC)		
	Čajić, A. (2014)	Gaurina-Međimurec et al.(2017)	Šeb, M. (2018)	Čajić, A. (2014)	Gaurina-Međimurec et al.(2017)	Šeb, M. (2018)
0	44	44	44	0	0	0
10	39	44	49,26	0,8	0,8	0,6
20	34	44	54,52	1,1	1,1	0,7
30	29	44	59,78	1,6	1,6	1
40	24	44	65,04	2	2	1,1

Kao što je jasno vidljivo iz tablice 2-5, receptura korištena u ovom radu razlikuje se po udjelu dispergatora i vodocementnog faktora, pri čemu je udio vode viši od udjela vode u oba prethodno navedena rada, a sukladno tome udio dispergatora je potrebno smanjiti, budući da su se smanjile i vrijednosti viskoznosti.

S obzirom da se u našoj praksi počela koristiti suspenzija kvarcnog praha u vodi umjesto suhog kvarcnog praha provedena su mnoga istraživanja radi napretka industrije i za sprječavanje i/ili rješavanje novih problema u budućnosti.

3. BUŠOTINSKI CEMENT

Glavni sastojci svih cementnih kaša su bušotinski cement i voda. Osnovna komponenta bušotinskog cementa je najčešće portland cement, a koji ustvari predstavlja smjesu usitjenih minerala određenog mineraloškog sastava. Sirovina za njegovu proizvodnju sastoji se od najmanje dvije komponente, vapnenca i gline, pri čemu je poželjno da njihov omjer bude 3:1. Vapnenac je bazična komponenta i sadrži CaO, dok je glina kisela komponenta i sadrži SiO₂, Al₂O₃ i Fe₂O₃ (Gaurina-Međimurec, 2017).

Žarenjem pripremljene smjese do temperature sinteriranja koja iznosi između 1400 °C i 1450 °C dolazi do kemijske reakcije između vapna i oksida gline pri čemu se stvara čvrsti proizvod - klinker, koji već ima osnovna svojstva cementa. Klinker se melje i pritom mu se dodaje od 3 do 6% gipsa za reguliranje vremena vezivanja i povećanje početne tlačne čvrstoće, te od 10 do 15% mineralnih dodataka.

Kemijskim reakcijama vapna s oksidima gline nastaju minerali klinkera (umjetni minerali), od kojih su najvažniji: alit (trikalcijev silikat, C₃S), belit (dikalcijev silikat, C₂S koji ima i α, β i γ modifikacije), celit (tetrakalcijev aluminatferit, C₄AF), te trikalcijev aluminat (C₃A).

Osim prvotno navedenih minerala, klinker također sadrži i staklastu masu u količinama od 5-12%, a koja sadrži nekristalizirane ferite, aluminate, dikalcijev silikat i slično.

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

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 oslobađanje temperature, te daje boju cementu. Nalazi se u količinama od 10-18%.

Trikalcijev aluminat ubrzava hidrataciju cementa, te daje početnu čvrstoću cementnom kamenu u roku od 1 dana, međutim on čini cementni kamen osjetljivim na sulfatnu agresiju (HSR≤3% C₃A). Nalazi se u količinama od 5-15% (Gaurina-Međimurec, 2017).

3.1. Svojstva portland cementa

Najvažnija svojstva portland cementa su: gustoća, nasipna masa i finoća mliva (Gaurina-Međimurec 2017).

Gustoća portland cementa iznosi između 3050 i 3150 kg/m³. Prema gustoći se može zaključiti da li sadrži olakšavajuće ili otežavajuće komponente.

Nasipna masa mijenja se u granicama od 0,9 do 1,1 kg/l za rahlo stanje, odnosno 1,4- 1,7 kg/l za zbijeno stanje. Ovo je pak bitno kod gradnje skladišnih prostora.

Finoća mliva predstavlja ukupnu površinu čestica cementa sadržanih u 1g cementa i izražava se u cm²/g ili u m²/g. Budući da se na površini cementnih čestica odvijaju reakcije s vodom, o veličini specifične površine ovisi brzina procesa hidratacije. S povećanjem finoće ubrzava se proces hidratacije, samim time se ubrzava i oslobađanje topline i razvoj čvrstoće, te će vrlo vjerojatno biti potrebne dodatne količine vode, dispergatora ili usporivača.

Hidratacija je proces koji se odvija uz oslobađanje topline, a na brzinu oslobađanja topline najveći utjecaj ima kemijsko mineraloški sastav cementne kaše, dok u manjoj mjeri utječu i finoća mliva, uvjeti skladištenja, vrijeme i slično. S porastom tlaka i temperature ubrzava se i proces hidratacije. Također je bitno za napomenuti da se hidratacijom u prstenastom prostoru povećava temperatura, a što je bitno jer se pomoću ovog saznanja može utvrditi dubina vrha cementnog kamena i moguća proširenja kanala bušotine, gdje će se zbog povećane količine cementne kaše registrirati i veća temperatura (Gaurina-Međimurec, 2017).

3.2. API klase cementa

API odbor za standardizaciju bušotinskih cementa publicirao je API Spec 10 – specifikaciju za cimente i materijale za cementiranje bušotina; te 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 cementni svrstani su u osam klasa (A, B, C, D, E, F, G i H). Nekad je postojala i

klasa J, no ona je 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. 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 ove dvije klase cemenata najčešće koriste u praksi.

U tablici 3-1. prikazan je tipičan sastav API klase cementa i finoća mliva.

Tablica 3-1. Tipičan sastav API klase cementa i finoća mliva (Smith, 1976)

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

4. HIDRATACIJA CEMENTNE KAŠE I OČVRŠĆAVANJE CEMENTNOG KAMENA

Cementacija kolone zaštitnih cijevi izvodi se protiskivanjem cementne kaše u prstenasti prostor, tj. u prostor između stjenki kanala bušotine i prethodno ugrađenih zaštitnih cijevi.

Da bi cementiranje bilo uspješno, cementna kaša treba posjedovati svojstva koja će omogućiti (Gaurina-Međimurec, 2017):

- njeno 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;
- nakon toga 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 (Gaurina-Međimurec, 2017).

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

- odgovarajuće učvršćenje zaštitnih cijevi,
- izolaciju probušene naslage stijena, te
- spriječiti međuzonalnu komunikaciju tijekom proizvodnog vijeka bušotine.

Hidratacija portland cementa je reakcija minerala klinkera, koji su bezvodni, s vodom. Za vrijeme hidratacije portland cementa dolazi do razaranja kristalne rešetke minerala klinkera, te se stvaraju hidrati i hidroksidi. Posljedica hidratacije portland cementa je očvršćavanje, odnosno prijelaz cementne kaše u cementni kamen.

Hidratacija započinje kontaktom cementa s vodom prilikom čega se oslobađa toplina.

Konačni cilj dizajniranja cimente 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 $10^{-4} \mu\text{m}^2$. Cementni kamen treba biti otporan na koroziju (Gaurina-Međimurec, 2017).

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

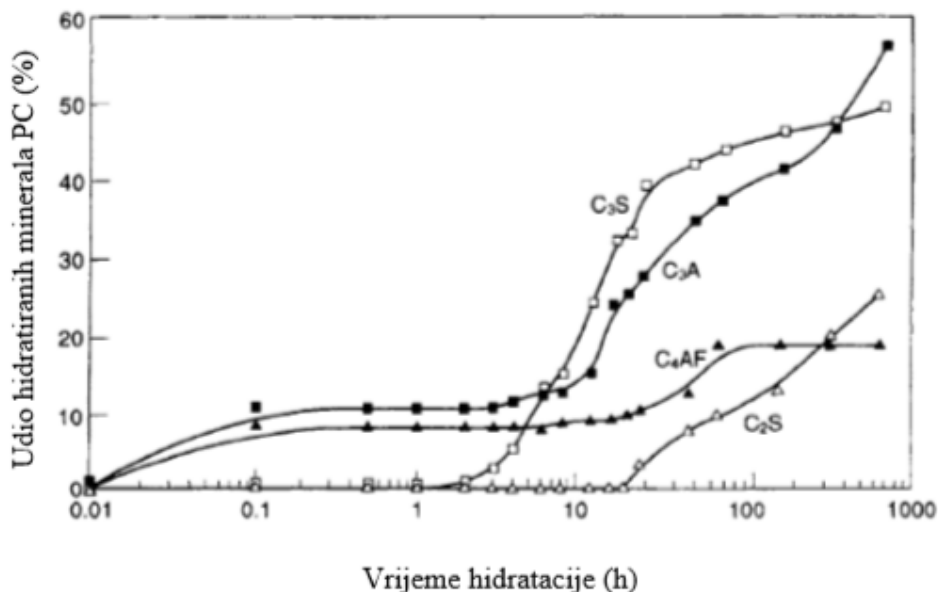
- sastav cementa uz prisustvo nečistoća,
- veličina čestica cementa i specifična površina,
- vodocementni faktor,
- temperatura pri kojoj dolazi do očvršćavanja cementne kaše i
- prisustvo raznih kemijskih aditiva.

U početnom periodu rast čvrstoće cementnog kamena osigurava alit (C_3S), a u kasnijem periodu belit ($\beta-C_2S$). 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. Usporivači smanjuju početnu čvrstoću, a glinoviti materijali i njihove suspenzije u vodi gotovo u svim slučajevima smanjuju čvrstoću cementnog kamena (Gaurina-Međimurec, 2017).

Porast temperature ubrzava proces hidratacije te se tako u kraćem roku postiže veća čvrstoća cementnog kamena. Međutim kao što je već navedeno, temperature veće od $110^{\circ}C$ imaju negativan efekt na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, te će čak uzrokovati smanjenje čvrstoće cementnog kamena.

4.1. Brzina hidratacije

Brzina hidratacije ovisi o sastavu portland cementa i mijenja se s vremenom. Na slici 4-1. vidi se napredak procesa hidratacije osnovnih minerala klinkera u ovisnosti o proteklom vremenu.



Slika 4-1. Napredak procesa hidratacije minerala klinkera na sobnoj temperaturi (Hewlett, 2004)

Sa slike 4-1 je jasno vidljivo da će nakon jednog sata hidratacije najbrže hidratirati trikalcijev aluminat (C₃A), dok primjerice alit (C₃S) ili belit (C₂S) uopće ni ne počnu hidratirati. Alit počne hidratirati tek nakon jednog sata, dok je za početak hidratacije belita potrebno preko 10 sati. Međutim na kraju mjerenja, nakon otprilike 700 sati, jasno se vidi kako će trikalcijev aluminat (C₃A) imati najveći udio hidratiranih minerala portland cementa, dok će ih najmanje hidratirati tetrakalcijev aluminatferit (C₄AF). Iako alit počne sa procesom hidratacije sat vremena kasnije, postiže visoke vrijednosti u kratkom roku, a zatim dolazi do usporavanja hidratacije.

Finoća mliva cementa utječe na brzinu hidratacije, pogotovo kada je proces hidratacije kratak. Brzina hidratacije se povećava s povećanjem specifične površine čestica cementa. Usitnjavanje klinkera može utjecati na reaktivnost cementa, odnosno na brzinu procesa hidratacije. Cement koji je nastao usitnjavanjem u visokotlačnom valjkastom mlinu hidratira brže u odnosu na cement 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. Što je temperatura viša brzina hidratacije je veća. Na višim temperaturama struktura hidratiranih minerala može biti drugačija u odnosu na niže temperature. Proces hidratacije se pospješuje i povećanjem vodocementnog faktora.

4.2. Tlačna čvrstoća cementnog kamena

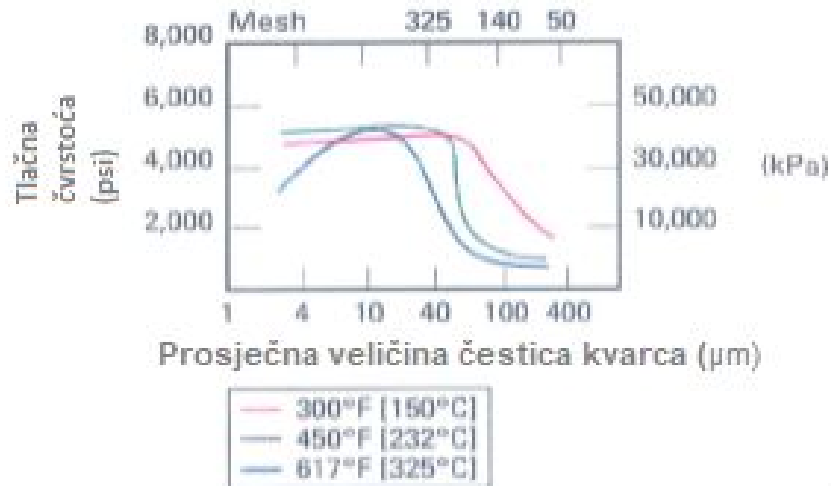
Kao što je već ranije navedeno, tlačna čvrstoća ovisi o mnogo čimbenika, dok će se u ovom radu pobliže pratiti utjecaj temperature. Postoje mnogi primjeri iz prakse vezani uz problem opadanja tlačne čvrstoće cementnog kamena sa porastom temperature i promatranja kako će udio kvarcnog praha utjecati na smanjenje istog.

Veličina čestica kvarca ima znatan utjecaj na svojstva cementnog kamena, naročito na propusnost i tlačnu čvrstoću, stoga su u tablici 4-1. navedeni oblici kvarca u ovisnosti o prosječnoj veličini čestica.

Tablica 4-1. Oblici kvarca (SiO_2) ovisno o prosječnoj veličini čestica (Gaurina-Međimurec, 2017)

Kvarc (kremen, SiO_2)	Prosječna veličina čestica (μm)
Kvarcni pijesak	175 do 200
Kvarceno brašno	≈ 15
Fini kvarcni prah	$\approx 0,1$

Kao primjer na slici 4-2 prikazan je utjecaj temperature i veličine čestica kvarca na razvoj tlačne čvrstoće (Nelson, 1990).



Slika 4-2. Utjecaj temperature i veličine čestica kvarca na tlačnu čvrstoću (Nelson, 1990)

Sa slike 4-2. jasno se vidi kako će se s porastom temperature smanjivati tlačna čvrstoća. Međutim tlačna čvrstoća s porastom veličine čestica kreće drastičnije opadati tek kada je prosječna veličina čestica reda veličine između 10 μm i 15 μm.

Tlačna čvrstoća se ustvari definira kao maksimalno opterećenje pri kojem uzorak cementnog kamena puca. Za određivanje tlačne čvrstoće može se koristiti više uređaja, kao što je npr. hidraulička preša. Postoje dva tipa ovakvih uređaja: OFITE Compressive Strength Tester – Manual (slika 4-3 a), te Compressive Strength Tester – Automatic (slika 4-3 b). Testovi se izvode na način da se proizvodi sila na uzorak pri konstantnoj brzini dok se uzorak ne razruši.

Prije samog testa u hidrauličkoj preši, odgovarajuće pripremljena cementna kaša ulijeva se u kalupe veličine 5,08cm x5,08cm x5,08cm. Nakon ovoga kalupi se stavljaju u autoklav, komoru za stvrdnjavanje (slika 4-4). Nakon što je proteklo prethodno određeno vrijeme uzorci se vade. Nakon ovoga postavljaju se na ploču hidrauličke preše gdje se tlače silom pri određenoj brzini dok uzorak ne pukne. Konačno, tlačna čvrstoća se dobiva kao omjer sile i površine.



a)



b)

Slika 4-3. OFITE Compressive Strength Tester – Manual a) i Compressive Strength Tester – Automatic b)



Slika 4-4. Autoklav - komora za stvrdnjavanje

Osim ove destruktivne metode koja omogućuje dobivanje podataka tlačnoj čvrstoći cementnog kamena točno nakon određenog perioda očvršćavanja (npr. 1 dana, 2 dana ili 3 dana) postoji i nedestruktivna metoda koja omogućuje dobivanje podataka o razvoju tlačne čvrstoće tijekom cijelog perioda očvršćavanja. U tom slučaju se koristi ultrazvučni analizator pomoću kojeg su obavljena ispitivanja u ovome radu (slika 4-5).



Slika 4-5. Ultrazvučni analizator (UCA) - Model 4265HT (Chandler engineering, 2017)

4.3. Propusnost cementnog kamena

Propusnost cementnog kamena karakterizira otpor prodiranju fluida kroz cementni kamen u prstenastom prostoru kanala bušotine. Cementni kamen mora imati malu propusnost jer je primarna funkcija cementnog kamena da spriječi migraciju fluida u prstenasti prostor i dalje prema površini. Cementni kamen ima vrlo malu propusnost, u stvari mnogo manju nego mnoge ležišne stijene.

Kod temperatura manjih od 93 °C propusnost cementnog kamena smanjuje s temperaturom i vremenom (Gaurina-Međimurec, 2017).

Jednom kad dođe do propuštanja vode ili plina kroz kamen, doći će do ubrzavanja njegovog razrušavanja. Najdjelotvornije sredstvo za postizanje male propusnosti cementnog kamena, u području visokih temperatura i tlakova, je dodavanje cementu kvarca odgovarajuće veličine (tablica 4-1).

Za mjerenje propusnosti uzoraka cementnog kamena za vodu ili plin (zrak, dušik) koristi se permeametar.

Uzorci cementnog kamena (jezgre) su promjera 1" i duljine 1". Uzorak se priprema na način propisan u API RP 10B i stavlja u prsten (rukavac) permeametra. Kroz uzorak se protiskuje voda ili dušik, pri konstantnoj dobavi, te se mjeri diferencijalni tlak (razlika tlaka na ulazu i izlazu iz uzorka) te protok kroz uzorak. Izmjereni podaci uz poznate podatke o

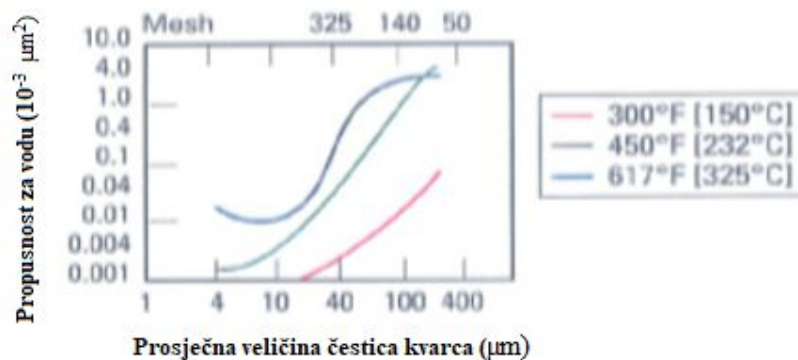
viskoznosti se uvrštavaju u Darcy-evu jednadžbu te se izračuna propusnost prema formuli (4-1):

$$k = \frac{Q \cdot \mu \cdot L}{A \cdot \Delta P} \quad (4-1)$$

gdje su:

- k = propusnost uzorka cementnog kamena (m^2)
- Q = protok vode kroz uzorak (m^3/s)
- μ = viskoznost vode (Paxs)
- A = površina poprečnog presjeka uzorka (m^2)
- ΔP = razlika tlaka (Pa)

Na slici 4-6. prikazan je utjecaj temperature i veličine čestica kvarca na propusnost cementnog kamena za vodu (Nelson, 1990), dok je na slici 4-7. prikazan uređaj za mjerenje propusnosti cementnog kamena tvrtke OFITE.



Slika 4-6. Utjecaj temperature i veličine čestica kvarca na propusnost cementnog kamena za vodu (Nelson, 1990)

Sa slike 4-6. vidi se kako će s porastom temperature rasti propusnost za vodu. Primjerice za temperaturu od 150 °C propusnost kreće rasti tek kada je prosječna veličina čestica kvarca oko 20 μm, te daljnjim povećavanjem veličine čestica propusnost nastavi rasti, te će tako za prosječnu veličinu od 100 μm propusnost za vodu biti čak 10 puta veća.

Na slici 4-7 prikazan je uređaj mjerenje propusnosti cementnog kamena.



Slika 4-7. Uređaj za mjerenje propusnosti cementnog kamena (OFI Testing Equipment, 2018 (a))

4.4. Otpornost cementnog kamena na djelovanje sulfata

Otpornost na djelovanje korozije je također jako bitno svojstvo cementnog kamena. Slojne vode sadrže mnoge korozivne spojeve, među kojima su najkorozivniji natrijev, kalcijev i magnezijev sulfat. Sulfati reagiraju s kalcijevim hidroksidom i hidratom kalcijeva aluminata. Iz ovih reakcija nastaju spojevi kao što su primjerice gips i kalcijev sulfoaluminat. Ovi spojevi imaju osjetno veći volumen od sastojaka od kojih su nastali, te ovo može dovesti do razrušenja cementnog kamena u krajnjem slučaju.

Opet kao i u prethodno navedenim svojstvima cementnog kamena, važnu ulogu igra temperatura. Međutim, kako je za primjerice tlačnu čvrstoću cementnog kamena porast temperature loš, tako je korozija, odnosno sulfatna agresija izraženija na temperaturama između 27 °C i 49 °C, dok kod temperatura iznad 200 °C postaje zanemariva (Gaurina-Međimurec, 2017).

Već na primjeru temperature, i kako ona utječe na razna svojstva cementnog kamena se može vidjeti s kakvim se sve problemima treba nositi u praksi i kako o svemu ovome treba voditi računa i pomno planirati.

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

1. smanjenjem sadržaja trikalcijsva aluminata (C_3A) – visoko sulfatno otporan cement (engl. *High Sulfate Resistance - HSR*), do 3% mas. C_3A
2. 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
3. dodavanjem dovoljne količine kalcijeva sulfata da se osigura da će C_3A formirati kalcijev sulfoaluminat prije nego cementna kaša veže.

Sve navedeno ne može u potpunosti ukloniti opasnost od sulfatne agresije, ali može u velikoj mjeri pomoći u smanjenju od njene opasnosti.

5. LABORATORIJSKA ISPITIVANJA

Laboratorijska ispitivanja utjecaja vodene suspenzije kvarcnog praha na tlačnu čvrstoću cementnog kamena provedena su u cementacijskom laboratoriju tvrtke „CROSCO, naftni servisi, d.o.o.“ u Ivanić-Gradu. Ispitivanja su provedena s pet cementnih kaša različitog sastava. Cementne kaše su pripravljene prema API RP 10B u miješalici koja ima dvije brzine: 4 000 o/min i 12 000 o/min. Postupak pripreme osnovne cementne kaše (cement i voda) je sljedeći: u posudu miješalice ulije se voda, miješalica se uključi na nižu brzinu, (4 000 o/min), te se dodaje cement. Dodavanje cementa ne bi smjelo trajati duže od 15 sekundi. Nakon što je dodan cement posuda miješalice se pokrije, te se nastavi miješanje na višoj brzini (12 000 o/min). Miješanje na višoj brzini traje 35 sekundi. Nakon isteka 35 sekundi cementna kaša je pripravljena za ispitivanja.

Na slici 5-1. a) prikazana je miješalica za miješanje cementne kaše upotrebljavana tijekom ovog rada, dok je na slici 5-1. b) prikazan noviji model ovakvih miješalica naziva Model 20 Constant Speed Blender kompanije OFITE.



a)



b)

Slika 5-1. Miješalica cementne kaše upotrebljavana u radu a) i Model 20 Constant Speed Blender b) (OFI Testing Equipment, 2018 (b))

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

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

Za provedbu svih ovih ispitivanja potrebno je pripremiti dovoljno cementne kaše kako bi se moglo provoditi više ispitivanja odjednom. Nakon što su dobivena odgovarajuća svojstva cementne kaše ispitan je razvoj tlačne čvrstoće u ultrazvučnom analizatoru.

Ispitivano je 5 cementnih kaša čiji je sastav prikazan u tablici 5-1. Važno je napomenuti kako u vodocementni faktor nije bila uračunata i voda iz „Microblocka“, nego je uz vodocementni faktor tipičan za cement API klase G koji iznosi 44%, još sadržana i voda iz

„Microblocka“, te je zbog toga krajnji udio vode nešto veći i iznosi od 49,26% (za 10% „Microblocka) do 65,04 (za 40% „Microblocka).

Tablica 5-1. Sastav ispitivanih cementnih kaša

Cementna kaša		Aditivi					Voda (ukupno)
		Cement API klase G	Voda	"Microblock"	Dispergator (CFR-3)	Voda u "Microblock"-u	
0% ("Microblock")	masa (g)	793,8	349,27	-	-	0	349,27
	% na masu cementa	-	44	-	-	0	44
	volumen (ml)	249,6	350,3	-	-	0	350,3
10% ("Microblock")	masa (g)	750	330,0	75	4,5	39,45	369,45
	% na masu cementa	-	44	10	0,6	5,26	49,26
	volumen (ml)	235,8	331,0	54,7	3,8	39,57	370,57
20% ("Microblock")	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
30% ("Microblock")	masa (g)	650	286	195	6,5	102,57	388,57
	% na masu cementa	-	44	30	1,00	15,78	59,78
	volumen (ml)	204,4	286,9	142,3	5,6	102,88	389,78
40% ("Microblock")	masa (g)	600	264	240	6,60	126,24	390,24
	% na masu cementa	-	44	40	1,10	21,04	65,04
	volumen (ml)	188,7	264,8	175,2	5,6	126,62	391,42

Napomene:
Udio svježe vode=44 % , stvarni w/c=49,26-65,04 (%)
Specifična gustoća: Cement=3,18 Voda=0,99696 "Microblock" =1,37
"Microblock" je suspenzija kvarcnog praha u vodi (udio čvrstih čestica iznosi 47,4%)

Kao što se vidi iz tablice 5-1, 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%.

„Microblock“ je suspenzija kvarcnog praha (mikrosilike) u vodi. Mikrosilika predstavlja ultrafine sferične čestice silicijeva dioksida (SiO₂). „Microblock“ ima veliku specifičnu površinu (21 m²/g) i visok udio amorfno silicijeva dioksida, čak 89-90%. Zbog ovoga će reagirati s kalcij hidroksidom koji nastaje kao proizvod hidratacije cementa i tvoriti više kristala kalcij silikat hidrata koji će vezivati cementnu kašu, te tako povećati tlačnu čvrstoću cementnog kamena.

„Microblock“ pomaže u pripremi cementne kaše na način da će cementna kaša kojoj je dodan „Microblock“ imati 0% slobodne vode, mali gubitak fluida (mali volumen filtrata), mala viskoznost dok će cementni kamen postići visoke vrijednosti tlačne čvrstoće te imati visoku otpornost prema koroziji (ELKEM, 2018).

Ove prednosti usko su povezane s tipom čestica od kojih se sastoji Microblock. Primjerice ultrafine čestice smanjuju gubitak filtrata iz cementne kaše tako što ulaze u pore stijene i time smanjuju propusnost cementnog kolača.

Dispergator se dodaje kako bi se kaša uopće mogla promiješati na odgovarajući način. Ako u kašu nije dodan dispergator, koji je ustvari aditiv za smanjenje trenja moguće je da se dogodi da se kašu neće biti moguće kvalitetno promiješati. To je primjerice jedan od problema koji su mogući u toku mjerenja.

Općenito, dispergator se dodaje u cementu 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 smanjenju filtracije cementne kaše koja je pripremljena s manje vode (engl. *densified slurry*).

Ispitivane cementne kaše sadržavale su dispergator komercijalnog naziva CFR-3 (engl. *Cement Friction Reducer*) prikazan na slici 5-2.



Slika 5-2. Dispergator CFR-3 kompanije Halliburton

5.1. Gustoća cementne kaše

Gustoća cementne kaše je vrlo važno svojstvo i osnovno za provjeru kvalitete cementne kaše. Gustoće cementnih kaša u ovom radu određivane su vagom za isplaku prikazanom na slici 5-3. a), dok je noviji model ovakvih vaga prikazan na slici 5-3. b).



a)



b)

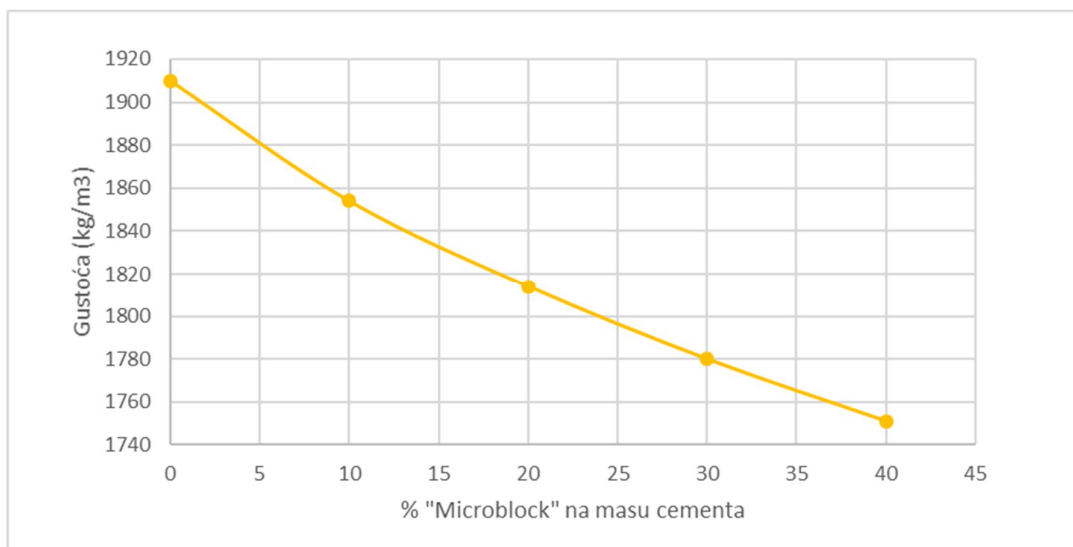
Slika 5-3. Korištena vaga za isplaku a) i noviji oblik vage za isplaku-Metal Mud Balance b) (OFI Testing Equipment, 2018 (c))

Gustoća cementne kaše određena je pri temperaturi od 23 °C i pri atmosferskom tlaku. Na vagi za isplaku očitana je vrijednost gustoće na odgovarajućoj skali Množenjem očitane vrijednosti s 1000 dobivena je vrijednost gustoće u kg/m³.

Gustoća cementne kaše ovisi o udjelu „Microblocka“, te je ta ovisnost prikazana u tablici 5-2, te na slici 5-4.

Tablica 5-2. Vrijednosti gustoće ispitivanih cementnih kaša

Svojstvo	„Microblock“ (% BWOC)				
	0	10	20	30	40
Gustoća (kg/m ³)	1905	1854	1814	1780	1751



Slika 5-4. Ovisnost gustoće cementnih kaša o udjelu vodene suspenzije kvarcnog praha („Microblock“)

Prema rezultatima koji su prikazani u tablici 5-2, te na slici 5-4. može se zaključiti da se gustoća cementne kaše dodatkom „Microblock-a“ smanjuje. Međutim gustoća se smanjuje iz razloga što se povećava vodocementni faktor od 44% za cementnu kašu koja ne sadrži „Microblock“, do 65,04% za cementnu kašu udjela „Microblocka“ od 44%.

Ako dobivena gustoća iz mjerenja pomoću vage za isplaku ne odgovara onoj dobivenoj iz proračuna, moguće je da je došlo do neke pogreške u vaganju sastojaka, ili je moguće da je greška u nekom od sastojaka. Moguće je da „Microblock“ bude lošije kvalitete, što će

dovesti do pogrešno dobivene vrijednosti gustoće. Ovome je mogući uzrok loša disperzija kvarcnog praha u vodi pri čemu su se čestice taložile na dnu posude. Ovo se vrlo lako može i provjeriti mjerenjem gustoće samog „Microblocka“. Ovo je također dobar pokazatelj zašto je gustoća osnovni kriterij za valjanost cementne kaše, te se već samo iz ovog mjerenja može zaključiti ako nešto nije u redu, te da se ne mogu nastaviti daljnji radovi s tom cementnom kašom.

5.2. Reološka svojstva cementne kaše

Za određivanje reoloških svojstva cementne kaše korišten je viskozimetar kompanije OFITE model 800 prikazan na slici 5-5 a), dok je na slici 5-5 b) prikazan noviji model, Model 1100 Viscometer. Instrument pogoni dvobrzinski sinhroni motor koji omogućuje mjerenje smičnog naprezanja pri smičnim brzinama od 3, 6, 30, 60, 100, 200 i 300 okretaja u minuti (Gaurina-Međimurec, 2017). Kada se ove vrijednosti pomnože s koeficijentom 1,7 dobivaju se vrijednosti smičnih brzina u SI-sustavu mjernih jedinica. Odgovarajuće smične brzine tada iznose 5.1, 10.2, 51, 102, 170, 340 i 510 s⁻¹.



a)



b)

Slika 5-5. Viskozimetar OFITE model 800 korišten u radu a), i Model 1100 Viscometer b) (OFI Testing Equipment, 2018 (d))

Vanjski cilindar ili rotor okreće se konstantnom brzinom rotacije za svaki odabrani broj okretaja. Rotacija cilindra u cementnoj kaši izaziva torziju na unutarnjem cilindru ili bobu. Torzijska opruga se opire kretanju. Pokazivač koji je pričvršćen za bob pokazuje vrijednost smičnog naprezanja izraženu u lb/100 ft². Množenjem očitanih vrijednosti s koeficijentom 0,51 dobiju se vrijednosti smičnih naprezanja u Pa.

Temeljem očitanih smičnih naprezanja, te korištenjem odgovarajućih formula mogu se izračunati reološki parametri (plastična viskoznost, naprezanja pri pokretanju, indeksa toka i indeksa konzistencije). Reološki parametri su potrebni za provođenje hidrauličkog proračuna cementacije kolone zaštitnih cijevi i za određivanje potrebne snage cementacijskog agregata kojim će se cementna kaša protisnuti u bušotinu.

U tablici 5-3 prikazane su direktno očitane vrijednosti smičnih naprezanja u lb/100ft² pri brzinama rotacije od 3 do 300 o/min i obrnuto, od 300 do 3 o/min, dok su u tablici 5-4 prikazane vrijednosti smičnih naprezanja u Pa. Mjerenja su provedena pri temperaturama od 23 °C i 90 °C.

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

Brzina rotacije (o/min)	Smično naprezanje (lb/100ft ²) očitavanja pri brzinama rotacije od 3 do 300 o/min									
	0 % "Microblock"		10 % "Microblock"		20 % "Microblock"		30 % "Microblock"		40 % "Microblock"	
	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C
3	11	44	5	14	6	14	4	14	4	13
6	21	48	6	16	7	19	4	16	5	16
30	38	100	8	21	8	22	7	17	8	18
60	80	136	9	22	9	22	7	17	8	21
100	100	142	11	23	11	23	8	18	9	24
200	146	150	17	26	15	25	15	21	13	25
300	160	153	22	29	22	26	18	26	18	29
Brzina rotacije (o/min)	Smično naprezanje (lb/100ft ²) očitavanja pri brzinama rotacije od 300 do 3 o/min									
	0 % "Microblock"		10 % "Microblock"		20 % "Microblock"		30 % "Microblock"		40 % "Microblock"	
	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C
3	15	24	8	17	7	19	4	17	4	17
6	25	36	8	21	7	21	4	17	5	18
30	53	73	9	22	8	22	6	18	6	19
60	77	92	9	23	9	22	7	19	8	20
100	95	110	10	23	11	23	9	20	9	21
200	130	135	16	27	17	24	15	23	14	25
300	160	153	22	29	22	26	18	26	18	29

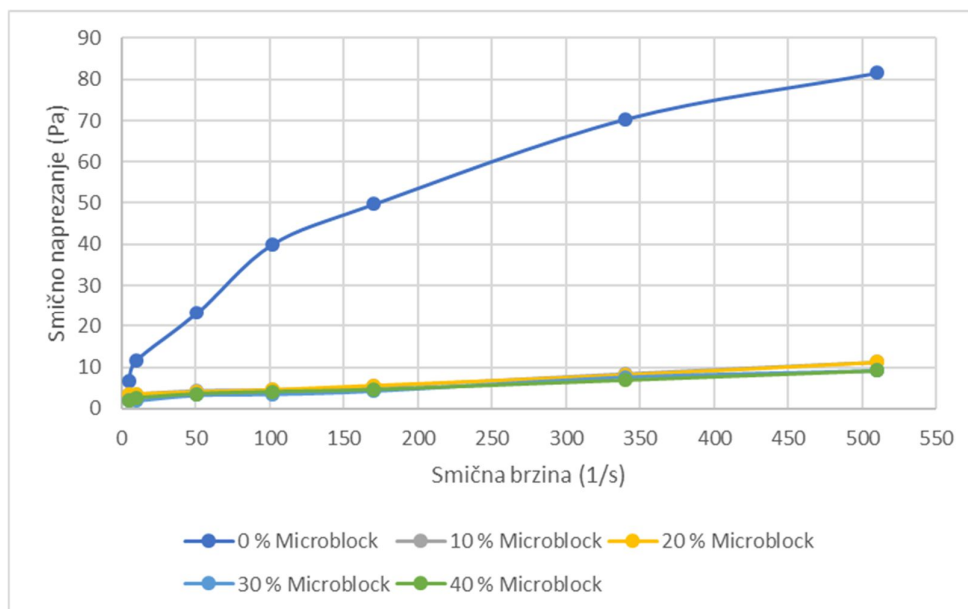
Tablica 5-4. Izračunate vrijednosti smičnog naprezanja ispitivanih cementnih kaša

Smična brzina (s ⁻¹)	Smično naprezanje (Pa), očitavanja pri brzinama rotacije od 5.1 do 510 s ⁻¹									
	0 % "Microblock"		10 % "Microblock"		20 % "Microblock"		30 % "Microblock"		40 % "Microblock"	
	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C
5,1	5,61	22,44	2,55	7,14	3,06	7,14	2,04	7,14	2,04	6,63
10,2	10,71	24,48	3,06	8,16	3,57	9,69	2,04	8,16	2,55	8,16
51	19,38	51	4,08	10,71	4,08	11,22	3,57	8,67	4,08	9,18
102	40,8	69,36	4,59	11,22	4,59	11,22	3,57	8,67	4,08	10,71
170	51	72,42	5,61	11,73	5,61	11,73	4,08	9,18	4,59	12,24
340	74,46	76,5	8,67	13,26	7,65	12,75	7,65	10,71	6,63	12,75
510	81,6	78,03	11,22	14,79	11,22	13,26	9,18	13,26	9,18	14,79
Smična brzina (s ⁻¹)	Smično naprezanje (Pa), očitavanja pri brzinama rotacije od 510 do 5.1 s ⁻¹									
	0 % "Microblock"		10 % "Microblock"		20 % "Microblock"		30 % "Microblock"		40 % "Microblock"	
	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C
5,1	7,65	12,24	4,08	8,67	3,57	9,69	2,04	8,67	2,04	8,67
10,2	12,75	18,36	4,08	10,71	3,57	10,71	2,04	8,67	2,55	9,18
51	27,03	37,23	4,59	11,22	4,08	11,22	3,06	9,18	3,06	9,69
102	39,27	46,92	4,59	11,73	4,59	11,22	3,57	9,69	4,08	10,2
170	48,45	56,1	5,1	11,73	5,61	11,73	4,59	10,2	4,59	10,71
340	66,3	68,85	8,16	13,77	8,67	12,24	7,65	11,73	7,14	12,75
510	81,6	78,03	11,22	14,79	11,22	13,26	9,18	13,26	9,18	14,79

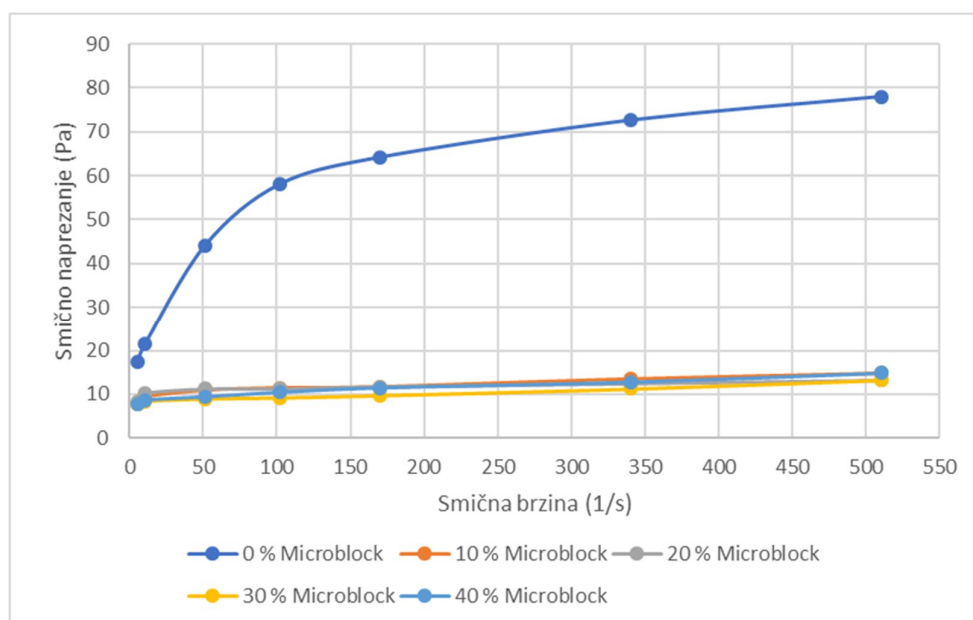
U tablici 5-5 i na slikama 5-6 i 5-7 prikazane su srednje vrijednosti smičnih naprezanja cementnih kaša.

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

Smična brzina (s ⁻¹)	Srednje vrijednosti smičnih naprezanja (Pa)									
	0 % "Microblock"		10 % "Microblock"		20 % "Microblock"		30 % "Microblock"		40 % "Microblock"	
	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C	23 °C	90 °C
5,1	6,63	17,34	3,315	7,905	3,315	8,415	2,04	7,905	2,04	7,65
10,2	11,73	21,42	3,57	9,435	3,57	10,2	2,04	8,415	2,55	8,67
51	23,205	44,115	4,335	10,965	4,08	11,22	3,315	8,925	3,57	9,435
102	40,035	58,14	4,59	11,475	4,59	11,22	3,57	9,18	4,08	10,455
170	49,725	64,26	5,355	11,73	5,61	11,73	4,335	9,69	4,59	11,475
340	70,38	72,675	8,415	13,515	8,16	12,495	7,65	11,22	6,885	12,75
510	81,6	78,03	11,22	14,79	11,22	13,26	9,18	13,26	9,18	14,79



Slika 5-6. Dijagram smičnih napreznaja ispitivanih cementnih kaša pri temperaturi od 23 °C



Slika 5-7. Dijagram smičnih napreznaja ispitivanih cementnih kaša pri temperaturi od 90 °C

Sa slika 5-6 i 5-7 jasno je vidljivo da će čista cementna kaša imati znatno više vrijednosti smičnih brzina, čak i do 8 puta viših od svih ostalih cementnih kaša, a ovome je prvenstveno razlog dodatak dispergatora koji smanjuje vrijednosti smičnih napreznaja kod ostalih. Povećanjem temperature nema nekih većih promjena kod čiste cementne kaše, dok će kod cementnih kaša u koje je dodan „Microblock“ doći do blagog porasta vrijednosti smičnih napreznaja.

5.3. Vrijeme zgušćavanja

Vrijeme zgušćavanja cementne kaše određivano je pomoću atmosferskog konzistometra prikazanog na slici 5-8.



Slika 5-8. Atmosferski konzistometar

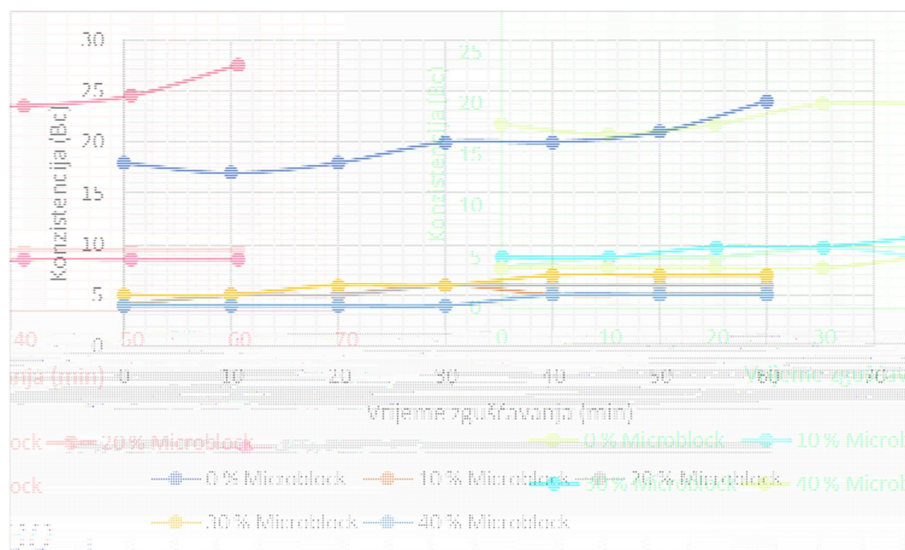
Konzistencija cementne kaše se s vremenom povećava i ona postaje sve viskozija. Ovo je veoma bitno zbog određivanja vremena u kojem se cementna kaša mora utisnuti u prstenasti prostor između ugrađene kolone zaštitnih cijevi i stjenke kanala bušotine i podići na potrebnu visinu. Cementna kaša mora ostati pumpabilna sve dok se ne smjesti u prstenasti prostor, a nakon toga mora čim brže stvrdnjavati u kamen odgovarajuće tlačne čvrstoće kako bi se skratilo vrijeme čekanja na stvrdnjavanje cementne kaše u cementni kamen (WOC), tj. vrijeme čekanja na nastavak radova i tako smanje troškovi.

Početak zgušćavanja cementne kaše smatra se vrijeme koje protekne od trenutka primjene tlaka i temperature (trenutak uključivanja konzistometra) do trenutka kad cementna kaša postigne konzistenciju od 40 Uc (engl. *Unit of consistency - Uc*). Krajem zgušćavanja smatra se vrijeme koje protekne od trenutka uključivanja konzistometra (primjene tlaka i temperature) do trenutka kad cementna kaša postigne viskoznost (konzistenciju) od 100 Uc (Gaurina-Međimurec, 2017). Cementna kaša je pumpabilna do vrijednosti od maksimalno 70 Uc. Vrijeme zgušćavanja cementne kaše se dizajnira tako da premaši vrijeme potrebno za obavljanje cementacije. U praksi, taj period generalno 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 90 °C. Rezultati određivanja vremena zgušćavanja pomoću atmosferskog konzistometra prikazani su u tablici 5-6, te na slici 5-9.

Tablica 5-6. Vrijednosti konzistencije u ovisnosti o udjelu „Microblocka“, mjereno u atmosferskom konzistometru

Vrijeme zgušćavanja (min)	„Microblock“ (%)				
	0	10	20	30	40
	Konzistencija (Bc)				
0	18	4	4	5	4
10	17	5	5	5	4
20	18	5	5	6	4
30	20	6	6	6	4
40	20	5	6	7	5
50	21	5	6	7	5
60	24	5	6	7	5



Slika 5-9. Utjecaj „Microblocka“ na promjenu konzistencije cementne kaše s vremenom mjereno u atmosferskom konzistometru

Na temelju prikazanih podataka može se zaključiti da će se protekom vremena zgušćavanja najviše povećati konzistencija čiste cementne kaše što se može objasniti prisustvom dispergatora u ostalim cementnim kašama. Prema prikazanome, sve ispitivane kaše bi se mogle koristiti za postupak cementacije budući da su vrijednosti konzistencije i dalje dosta niže od 40 Bc te bi se mogle bez problema protisnuti na odgovarajuću dubinu.

5.4. Filtracija cementne kaše

Filtracija predstavlja proces izdvajanja 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 μm), pomnožena s 2 (Gaurina-Međimurec, 2017).

Ovisno o tipu cementacije, filtracija cementnih kaša može varirati. Preporučuju se sljedeće vrijednosti:

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

Smanjenjem filtracije cementne kaše, mogla bi se smanjiti i opasnost od migracije plina kroz cementirani prstenasti prostor. Ovo je naročito potrebno kod bušotina gdje postoje slojevi plina s 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,
- o aditivima koji se koriste

Primjerice sa smanjenjem gustoće cementne kaše, brzina filtracije raste. Što se tiče filtracije u ovisnosti o temperaturi, zanimljivo je da će porastom temperature filtracija u početku biti povećana, zbog smanjenja viskoznosti cementne kaše. Kasnije će se, zbog ubrzane hidratacije cementne kaše filtracija smanjiti.

Filtracija cementne kaše utječe i na ostala svojstva cementne kaše. Tako će se primjerice u slučaju da se ne koriste aditivi za smanjenje filtracije doći do dehidriranja i preranog

zgušćavanja cementne kaše i sukladno tome smanjit će se vrijeme zgušćavanja. Ovo može dovesti do loše raspodjele cementne kaše u prstenastom prostoru. Izdvojeni filtrat može uzrokovati i oštećenje stijene. Zbog povećanja viskoznosti doći će i do težeg protiskivanja cementne kaše, tj. bit će potreban veći tlak za protiskivanje, a to može dovesti do frakturiranja stijene.

Filtracija cementne kaše, u ovom radu, mjerena je pomoću API filter preše koja je prikazana na slici 5-10. Određivanjem filtracije cementne kaše određuje se izdvajanje tekuće faze, filtrata, iz cementne kaše uslijed djelovanja diferencijalnog tlaka.



Slika 5-10. API filter preša (OFI Testing Equipment, 2018 (e))

Kao što je već rečeno, ispitivanje filtracije trebalo bi trajati 30 min. Međutim moguće je da ispitivanje traje i kraće. Tada se volumen filtrata računa prema formuli (5-1):

$$V_{30} = V_t \frac{5,477}{\sqrt{t}} \quad (5-1)$$

gdje su:

V_{30} – volumen filtrata nakon 30 minuta, ml

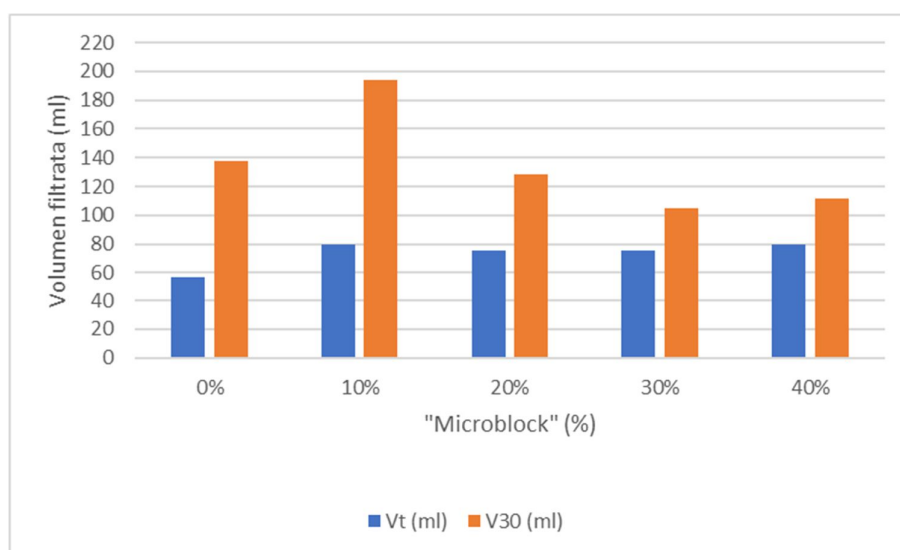
V_t – volumen filtrata nakon vremena t, ml

t – vrijeme ispitivanja, min

Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 5-7 i na slici 5-11.

Tablica 5-7. Rezultati određivanja filtracije cementnih kaša s različitim udjelom „Microblocka“

Parametar	"Microblock" (%)				
	0%	10%	20%	30%	40%
Vrijeme ispitivanja, t (min)	5	5	10	15	15
V _t (ml)	57	80	75	75	80
V ₃₀ (ml)	138	194	128	105	112



Slika 5-11. Ovisnost volumena filtrata o udjelu „Microblocka“

Sa slike 5-11 se vidi da se povećanjem udjela „Microblocka“ 30 minutna - filtracija općenito smanjuje za 7% kada je udio „Microblocka“ 20%, sve do 24% kada je udio „Microblocka“ 30%. U slučaju kada je udio „Microblocka“ 10% volumen filtrata u odnosu na čistu cementnu kašu je porastao za 29%, a ovome uzrok može biti veći udio vode.

5.5. Izdvajanje slobodne vode

Izdvajanje slobodne vode je svojstvo cementne kaše koje ukazuje na nestabilnost cementne kaše odnosno na sedimentaciju cementnih čestica. Ako cementna kaša pokazuje visoku vrijednost izdvajanja slobodne vode to znači da cementne čestice 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 predstavlja onu količinu vode pri kojoj se cementne čestice održavaju u suspenziji do početka prijelaza kaše u kamen, odnosno količinu vode gdje još nema taloženja cementnih čestica.

Ispitivanje slobodne vode vrši se tako da se odgovarajuće pripremljena cementna kaša ulijeva u graduiranu staklenu menzuru do oznake od 250 ml. Nakon toga se stavlja u sušionik koji je prikazan na slici 5-12. U sušioniku stoji 2 sata, te se nakon toga menzura vadi i očitava se vrijednost slobodne vode.

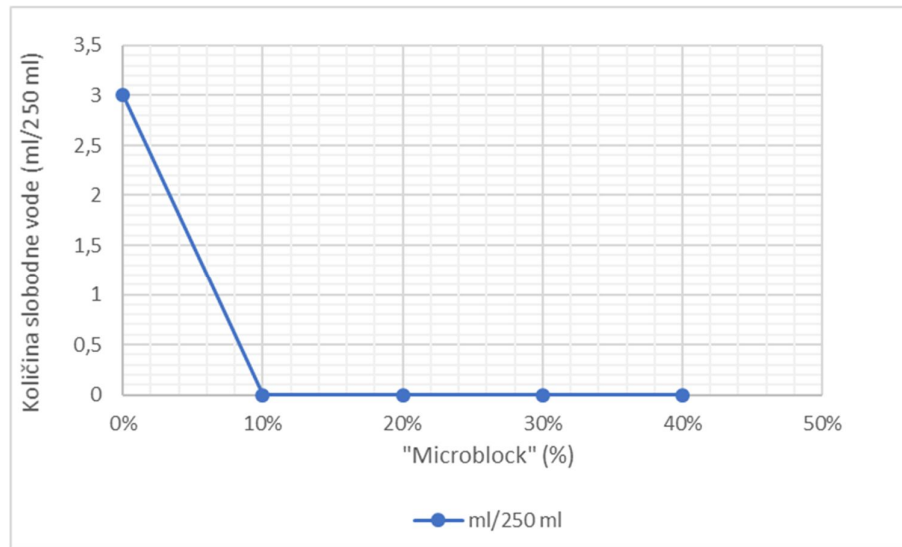


Slika 5-12. Sušionik

Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 5-8, te na slici 5-13.

Tablica 5-8. Ispitivanje količine slobodne vode u ovisnosti o udjelu „Microblocka“

Slobodna voda	"Microblock" (%)				
	0%	10%	20%	30%	40%
ml/250 ml	3	0	0	0	0



Slika 5-13. Izdvajanje slobodne vode u ovisnosti o udjelu „Microblocka“

5.6. Tlačna čvrstoća

Tlačna čvrstoća može se mjeriti već prethodno spomenutim uređajima kao što su : OFITE Compressive Strength Tester – Manual, te 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 5-14. Prednost ultrazvučnog analizatora je u tome što je to nedestruktivna metoda. Razlog ovome 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 ćeliju-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 sa razvijanjem tlačne čvrstoće cementnog kamena. S protokom vremena i kako se tlačna čvrstoća razvija, brzina prolaska zvučnog vala se smanjuje (Gaurina-Međimurec, 2017).

Tlačna čvrstoća je vrlo bitno svojstvo cementnog kamena, jer brzina razvoja tlačne čvrstoće, kao i vrijednost koja se postiže je od iznimne važnosti za daljnji nastavak radova kako bi se smanjio već spomenuti WOC.

Ispitivanja su vršena na tri temperature, 90, 120 i 150 °C. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 5-9, na slikama od 5-15 do 5-25, te u priložima 1-15.

Tablica 5-9. Usporedba rezultata ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena

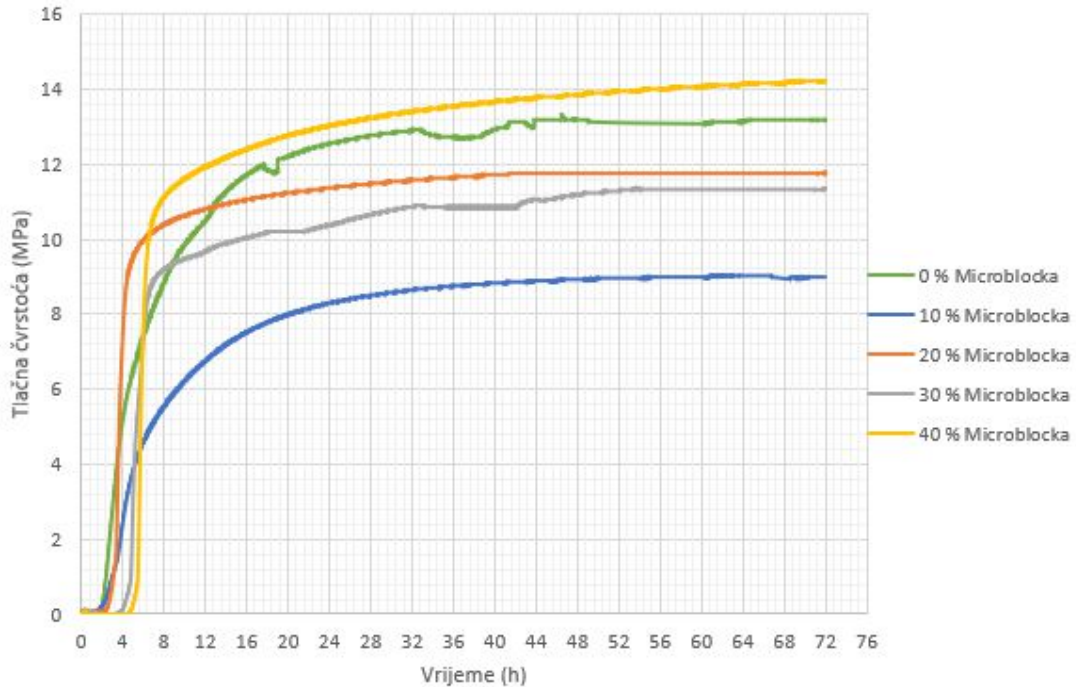
"Microblock" (%)	Uvjeti		Tlačna čvrstoća (MPa) nakon			Vrijeme proteklo do dostizanja (hh:mm:ss)	
	BHST (°C)	Tlak (MPa)	24 h	48 h	72 h	0.35 MPa	3.5 MPa
0	90	35	12,53	13,18	13,18	2:07:00	3:16:00
	120		12,44	12,73	12,39	1:24:00	1:54:30
	150		8,35	6,95	5,85	1:15:30	2:09:30
10	90		8,3	8,93	9	2:18:30	4:41:30
	120		5,56	5,68	5,6	1:23:00	2:42:30
	150		6,01	6,2	6,07	2:00:00	4:31:30
20	90		11,37	11,77	11,78	2:45:30	3:33:00
	120		6,27	6,27	5,92	1:17:00	1:33:00
	150		5,9	4,8	3,3	1:05:30	4:07:00
30	90		10,38	11,19	11,36	4:19:30	5:05:00
	120		6,61	6,82	6,69	1:30:30	2:07:30
	150		3,08	6,52	6,26	2:19:30	0:26:00
40	90		13,02	13,84	14,21	5:08:00	5:40:00
	120		10,41	10,83	10,91	1:29:30	2:12:00
	150		4,71	7,01	6,89	1:36:30	22:16:30



Slika 5-14. Ultrazvučni analizator (UCA) korišten u radu

5.6.1. Ispitivanje tlačne čvrstoće na temperaturi od 90 °C i tlaku 35 MPa

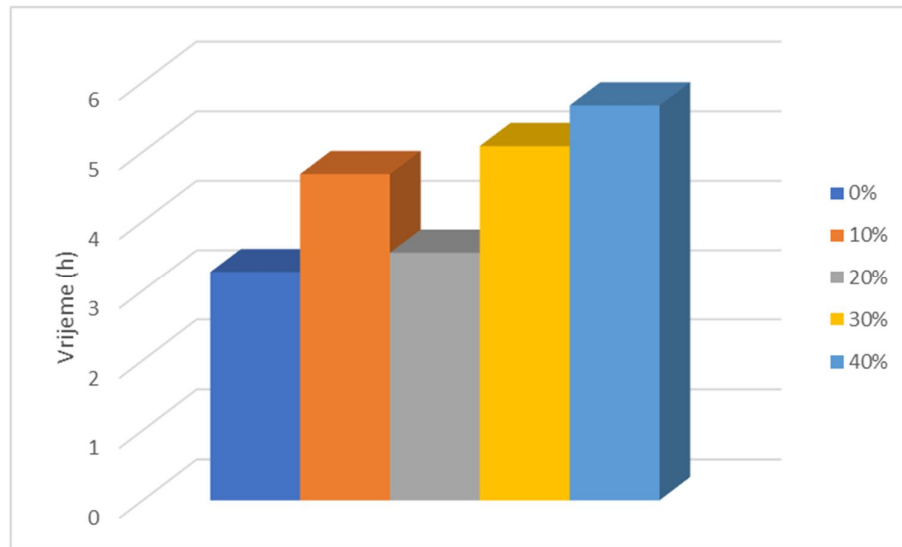
Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće koji si provedeni u okviru ovog rada na temperaturi od 90 °C i tlaku 35 MPa prikazani su na slici 5-15 te na priložima 1, 2, 3, 4 i 5.



Slika 5-15. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ na temperaturi od 90 °C

Sa slike 5-15. može se jasno vidjeti kako cementni kamen nastao očvršćavanjem cementne kaše sa 40 % „Microblocka“ postiže najveću vrijednost tlačne čvrstoće od 14,22 MPa. Jednako tako vidljivo je da mali udio „Microblocka“ od 10% u cementnoj kaši ima najnepovoljniji utjecaj na tlačnu čvrstoću cementnog kamena te postiže vrijednost od 9 MPa.

Na slici 5-16. prikazana su vremena potrebna da cementna kaša stvrdne u cementni kamen tlačne čvrstoće 3,5 MPa na temperaturi od 90 °C

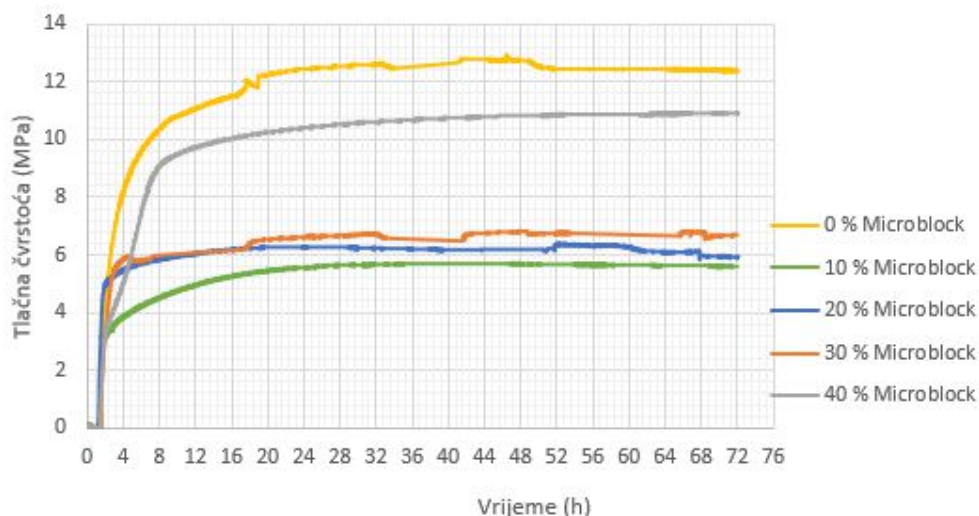


Slika 5-16. Utjecaj „Microblocka“ na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću 3,5 MPa na temperaturi od 90 °C

Prema rezultatima koji su prikazani na slici 5-16 može se vidjeti da će se povećanjem udjela „Microblocka“ u cementnim kašama, vrijeme potrebno za postizanje tlačne čvrstoće od 3,5 MPa povećavati. Jedina iznimka je u slučaju kada je udio „Microblocka“ iznosio 20%

5.6.2. Ispitivanje tlačne čvrstoće na temperaturi od 120 °C i tlaku 35 MPa

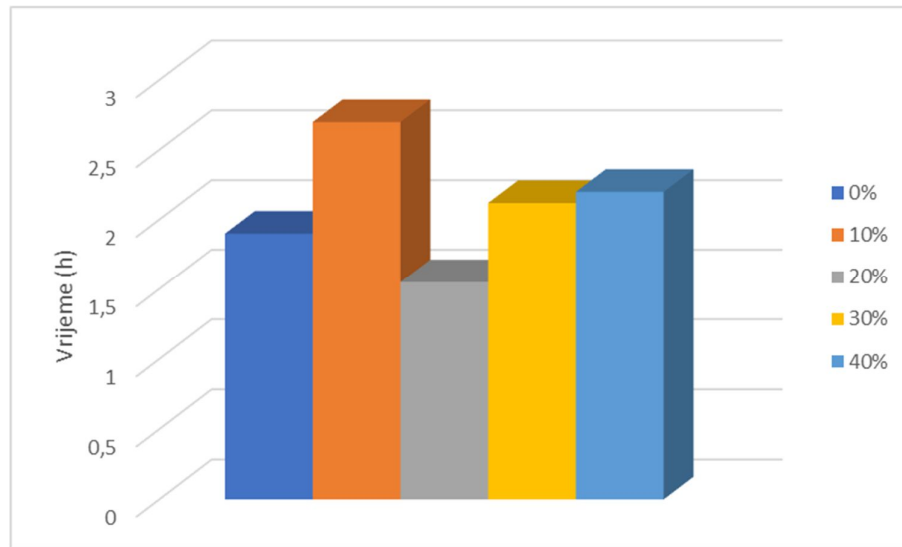
Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće koji su provedeni u okviru ovog rada na temperaturi od 120 °C i tlaku 35 MPa prikazani su na slici 5-17 te na priložima 6, 7, 8, 9 i 10.



Slika 5-17. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ na temperaturi od 120 °C

Kao i u primjeru gdje temperatura ispitivanja iznosi 90 °C tako su i ovdje vidljive velike razlike u tlačnim čvrstoćama. Također, kako je u ovom primjeru viša temperatura, tako se može vidjeti i utjecaj koji „Microblock“ ima na tlačnu čvrstoću. Kao što se jasno vidi sa slike 5.17, kad je udio „Microblocka“ mali dolazi do smanjenja tlačne čvrstoće s vremenom, te će čak mali udio „Microblocka“ imati štetnije posljedice nego da ga uopće nema. Može se također vidjeti kako cementna kaša sa udjelom „Microblocka“ od 40% sporije očvršćava. Međutim zanimljivo je kako će kaša bez „Microblocka“ postići najvišu vrijednost tlačne čvrstoće u iznosu od 12,40 MPa, a najmanju vrijednost od 5,91 MPa ostvarit će se kada je udio „Microblocka“ 20%. Ovome je vjerojatni uzrok veća količina vode u ostalim cementnim kašama, te bi bilo zanimljivo vidjeti kako bi izgledali rezultati ako bi ispitivanje bilo provedeno kroz duži period.

Na slici 5-18. prikazana su vremena potrebna da cementna kaša stvrdne u cementni kamen tlačne čvrstoće 3,5 MPa na temperaturi od 120 °C

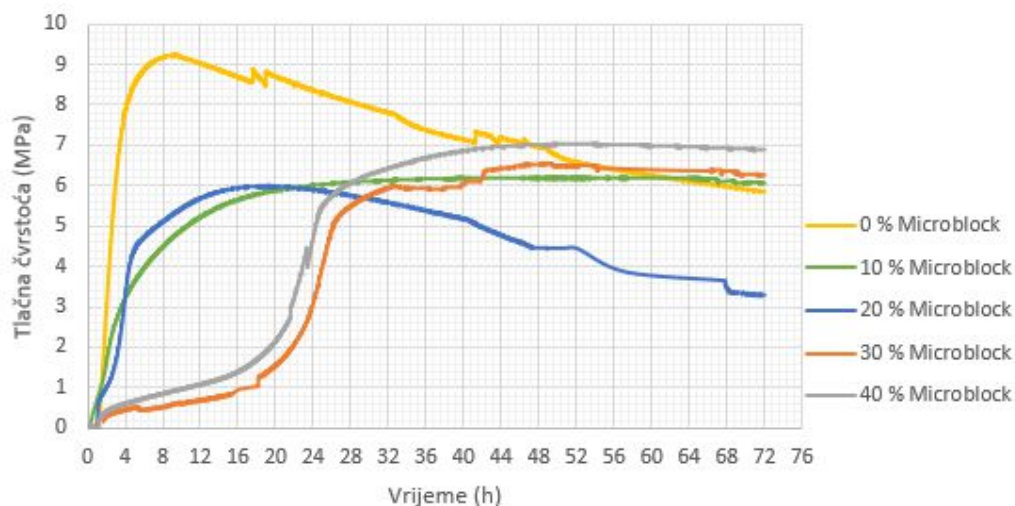


Slika 5-18. Utjecaj „Microblocka“ na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću 3,5 MPa na temperaturi od 120 °C

Kao i u prethodnom slučaju, tako je i ovdje vidljivo da je sa porastom udjela „Microblocka“ potrebno više vremena za postizanje potrebne tlačne čvrstoće, ali su vremena znatno niža nego u slučaju temperature od 90 °C. Primjerice za temperaturu od 120 °C najduže je očvršćivao cementni kamen sa 10% „Microblocka“, i to je trajalo ukupno 2 sata i 42 minute, dok je na temperaturi od 90 °C najduže očvršćivao cementni kamen sa 40% „Microblocka“, ali je to trajalo čak 5 sati i 40 minuta.

5.6.3. Ispitivanje tlačne čvrstoće na temperaturi od 150 °C i tlaku 35 MPa

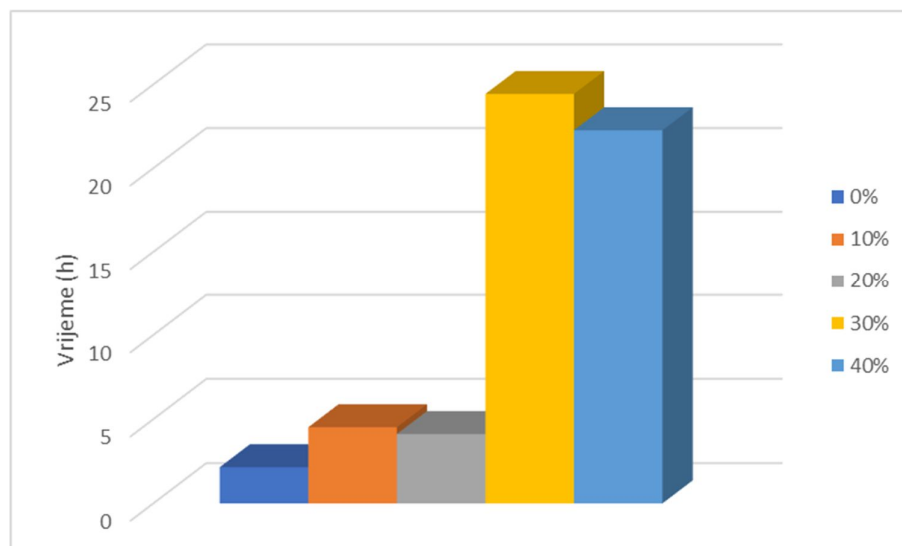
Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće koji si provedeni u okviru ovog rada na temperaturi od 150 °C i tlaku 35 MPa prikazani su na slici 5-19 te na priložima 11, 12, 13, 14 i 15.



Slika 5-19. Ovisnost tlačne čvrstoće o udjelu „Microblocka“ pri temperaturi 150 °C

Na temperaturi od 150 °C vidljive su velike promjene u očvršćivanju cementne kaše u cementni kamen. Postignute vrijednosti tlačnih čvrstoća su već puno manje. Također prisutan je snažan trend opadanja tlačne čvrstoće, gdje prednjače cementne kaše s manjim udjelima „Microblocka“. Ispitivanja na temperaturi od 150 °C samo potvrđuju kako će povećani udio vode biti jako nepovoljan za očvršćavanje cementne kaše u cementni kamen. Kod svih ispitivanih cementnih kaša dolazi do opadanja tlačne čvrstoće, bilo znatnog kao u slučaju kada nema „Microblocka“ ili je on sadržan u manjem udjelu, ili ne tako znatnog, ali opet prisutnog kao u slučaju kada je udio „Microblocka“ 30% ili 40%. Ovo ukazuje da bi se korištenjem cementnih kaša pripremljenih na ovakav način mogla dovesti u pitanje izvedivost daljnjih operacija. Najveća izmjerena tlačna čvrstoća u iznosu od 6,89 MPa izmjerena je kod udjela „Microblocka“ od 40%, dok je najniža tlačna čvrstoća nakon 72 sata mjerenja izmjerena u slučaju kada je udio „Microblocka“ 20% te iznosi 3,30 MPa.

Na slici 5-20 prikazana su vremena potrebna da cementna kaša stvrdne u cementni kamen tlačne čvrstoće 3,5 MPa na temperaturi od 150 °C.



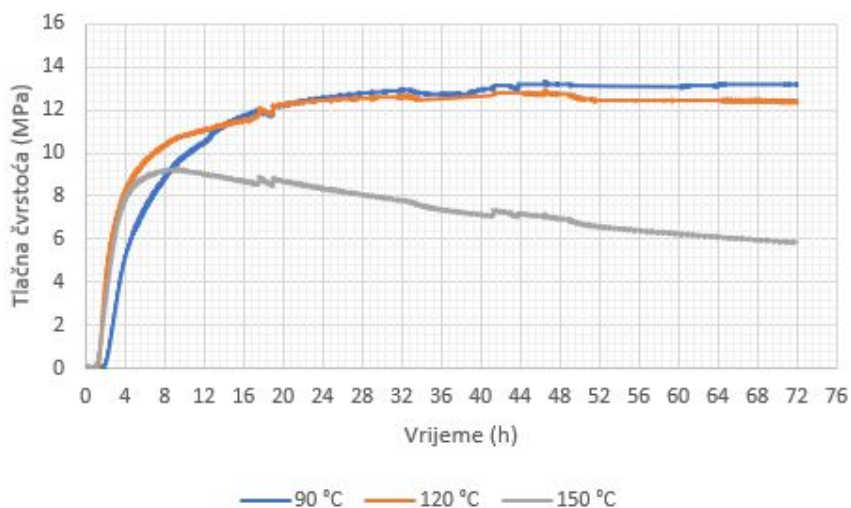
Slika 5-20. Utjecaj „Microblocka“ na vrijeme potrebno da cementna kaša postigne tlačnu čvrstoću 3,5 MPa na temperaturi od 150 °C

Na temperaturi od 150 °C bit će potrebno i preko 20 sati za očvršćavanje cementnih kaša u cementni kamen zadovoljavajuće tlačne čvrstoće. U ovom slučaju najduže je trajalo očvršćavanje kaše s udjelom „Microblocka“ od 30% i to čak 24 sata i 26 minuta. Iz prikazanih rezultata, teško da bi bilo koja od ovih kaša mogla biti upotrebljavana na ovako visokim temperaturama. Primjerice cementna kaša udjela 20% „Microblocka“ očvrstne za 4 sata i 7 minuta, međutim kako vrijeme teče njena tlačna čvrstoća značajno opada te ovo isključuje njezinu primjenu, dok je problem za slučajeve cementnih kaša viših udjela „Microblocka“ u predugom očvršćivanju. Također, za očvršćavanje cementnih kaša na ovoj temperaturi mogao bi se donijeti zaključak da će se sa porastom udjela „Microblocka“ vrijeme potrebno za postizanje potrebne tlačne čvrstoće za nastavak radova znatno povećavati.

5.6.4. Utjecaj temperature na razvoj tlačne čvrstoće cementnog kamena s različitim udjelom „Microblocka“

Na sljedećim slikama bit će prikazan utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena za različite udjele „Microblocka“ u cementnoj kaši. Ispitivanja su provedena pri temperaturi od 90 °C, 120 °C i 150 °C. Vremenski period u kojem se uspoređuje utjecaj temperature na razvoj tlačne čvrstoće je 72 sata. Na slici 5-21, te na priložima 1, 6 i 11

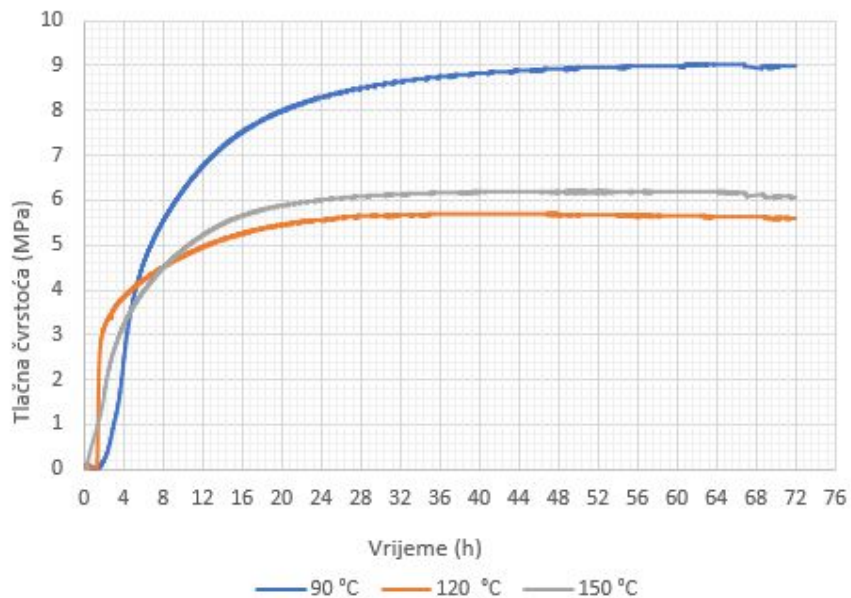
prikazani su rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena kada cementnoj kaši nije dodan „Microblock“ pri različitim temperaturama.



Slika 5-21. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“

Iz podataka prikazanih na slici 5-21 može se donijeti zaključak kako se sa povećanjem temperature tlačna čvrstoća cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ smanjuje. Već s povećanjem temperature na 120 °C vidljivo je lagano smanjenje tlačne čvrstoće, dok je drastičnije smanjenje vidljivo na temperaturi od 150 °C. Na ovoj temperaturi maksimum tlačne čvrstoće postignut je nakon 9 sati i 20 minuta te iznosi 9,24 MPa, međutim nakon ovog kreće konstantno smanjenje tlačne čvrstoće sve do iznosa od 5,85 MPa. Najveća izmjerena tlačna čvrstoća iznosi 13,18 MPa te je izmjerena na temperaturi od 90 °C.

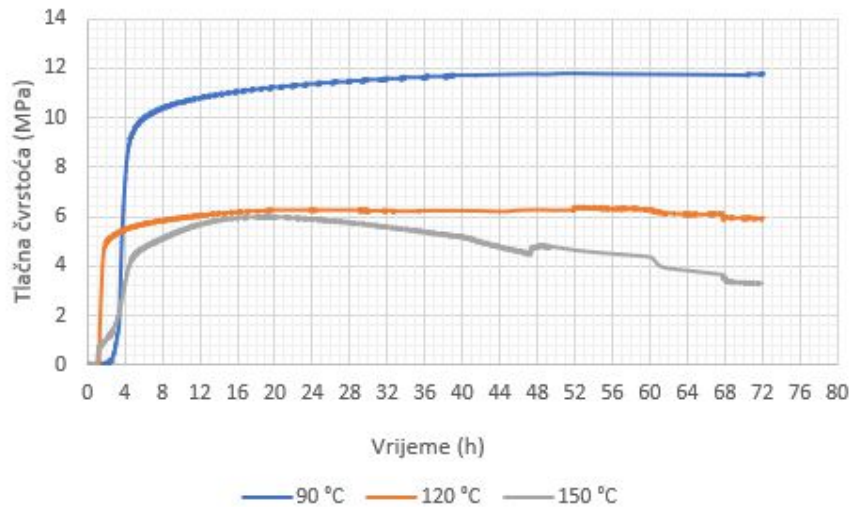
Na slici 5-22, te na priložima 2, 7 i 12 prikazani su rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena, kada se cementnoj kaši doda „Microblock“ u iznosu 10% na masu cementa, pri različitim temperaturama.



Slika 5-22. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s dodatkom 10% „Microblocka“

Dodatkom 10% „Microblocka“ tlačna čvrstoća ne postiže vrijednosti kao u slučaju kada uopće nema „Microblocka“, međutim uspijeva usporiti opadanje tlačne čvrstoće. Najveća tlačna čvrstoća izmjerena je na temperaturi od 90 °C te iznosi 9 MPa, a najniža je izmjerena na temperaturi od 120 °C te iznosi 5,60 MPa.

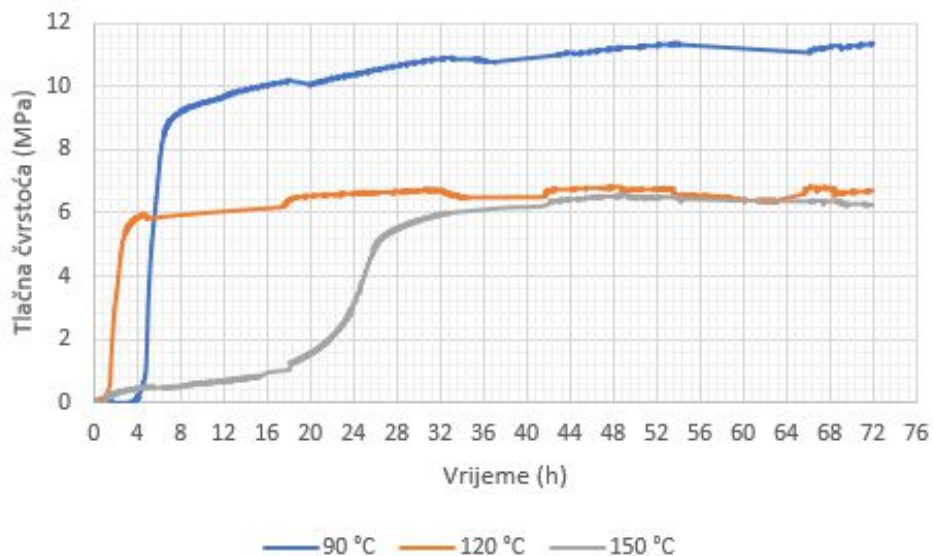
Na slici 5-23, te na priložima 3, 8 i 13 prikazani su rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena, kada se cementnoj kaši doda „Microblock“ u iznosu 20% na masu cementa, pri različitim temperaturama.



Slika 5-23. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s dodatkom 20% „Microblocka“

Sa slike 5-23 jasno se može vidjeti razlika u tlačnim čvrstoćama za sve tri ispitivane temperature. Može se vidjeti kako će na višim temperaturama cementna kaša brže stvrdnjavati, no brzo dostiže maksimum, i nakon tog će u slučaju kad je povećan udio vode doći do značajnog opadanja tlačne čvrstoće, što u budućnosti može dovesti do velikih problema u bušotini. Ovo je najviše izraženo za slučaj kod temperature ispitivanja u iznosu od 150 °C. U ovom slučaju maksimum tlačne čvrstoće dostignut je za oko 20 sati te iznosi 5,99 MPa, a nakon toga kreće opadanje tlačne čvrstoće te na kraju ispitivanja tlačna čvrstoća padne gotovo za pola vrijednosti te iznosi samo 3,3 MPa. Najveća tlačna čvrstoća izmjerena je na temperaturi od 90 °C te iznosi 11,78 MPa.

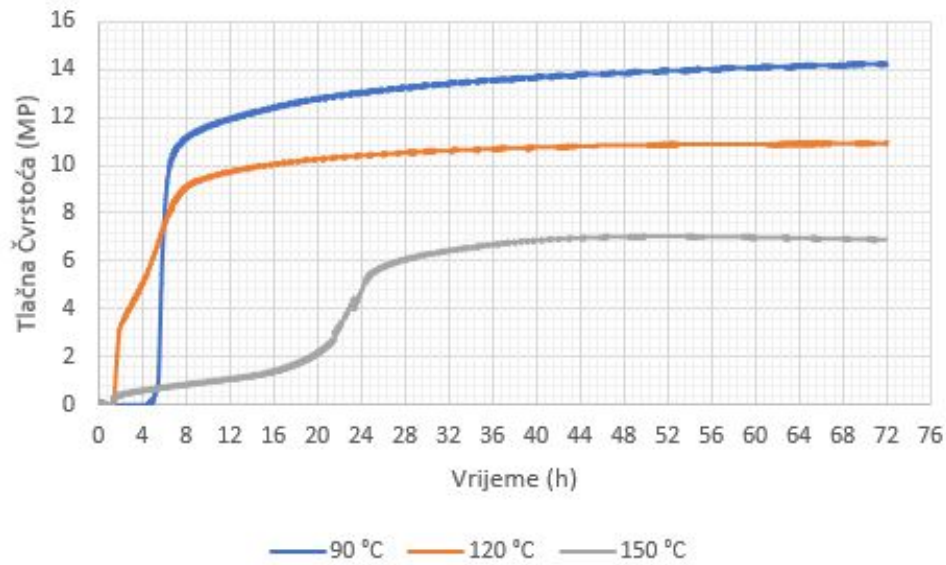
Na slici 5-24, te na priložima 4, 9 i 14 prikazani su rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena, kada se cementnoj kaši doda „Microblock“ u iznosu 30% na masu cementa, pri različitim temperaturama.



Slika 5-24. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s dodatkom 30% „Microblocka“

Već sa dodatkom 30% „Microblocka“ na masu cementa vidljivo je kako čak i sa povećanjem udjela „Microblocka“ tlačna čvrstoća ne raste značajnije, iako uspijeva usporiti pad čvrstoće koji je još dosta izražen na visokim temperaturama kada je dodano 20% „Microblocka“. Najveća tlačna čvrstoća izmjerena je pri temperaturi 90 °C te iznosi 11,36 MPa, a najniža je izmjerena na temperaturi od 150 °C te iznosi 6,26 MPa i također je u laganom padu u odnosu na maksimalnu postignutu za ovu temperaturu.

Na slici 5-25, te na priložima 5, 10 i 15 prikazani su rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena, kada se cementnoj kaši doda „Microblock“ u iznosu 40% na masu cementa, pri različitim temperaturama.



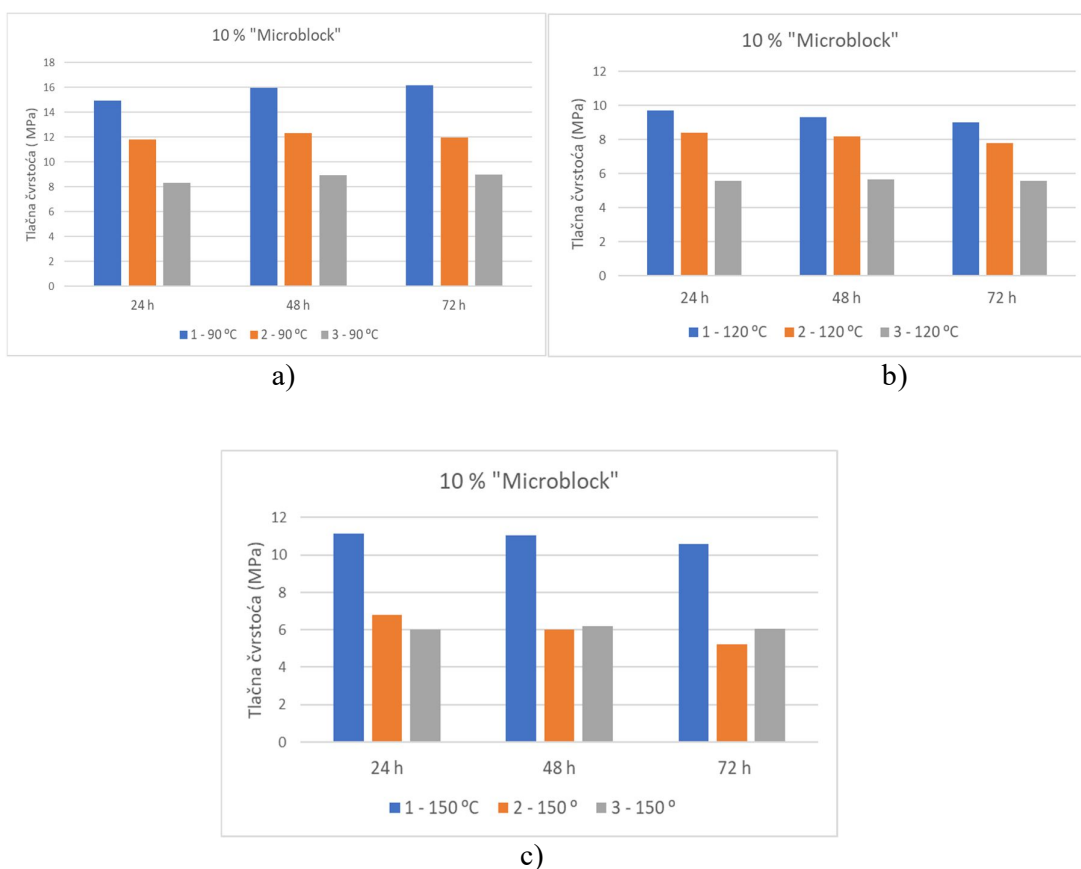
Slika 5-25. Utjecaj temperature na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s dodatkom 40% „Microblocka“

Kao što je bio primjer i u svim prethodnim slučajevima, tako je i ovdje najveća tlačna čvrstoća izmjerena na temperaturi od 90 °C i iznosi 14,22 MPa, dok je najniža izmjerena pri temperaturi od 150 °C i iznosi 6,90 MPa. Također može se zaključiti kako se dodatkom od 40% „Microblocka“ cementnoj kaši uspio spriječiti trend opadanja tlačnih čvrstoća kao što je prisutno u ostalim primjerima. Uz to postignute su i više vrijednosti tlačnih čvrstoća nego u ostalim slučajevima gdje je udio „Microblocka“ niži.

5.7. Usporedba dobivenih rezultata ispitivanja utjecaja „Microblocka“ na tlačnu čvrstoću cementnog kamena s rezultatima prethodnih istraživanja

Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće cementnog kamena za vremena očvršćavanja od 24 h, 48 h i 72 h, prikazani u tablici 5-9 grafički su prikazani i uspoređeni s rezultatima koje je dobio Čajić (tablica 2-2) te s rezultatima koje je dobila Gaurina-Međimurec sa suradnicima (tablica 2-4) na slikama 5-26, 5-27, 5-28 i 5-30. Na svakoj od slika, plavom bojom i brojem jedan (1) prikazani su rezultati koje je dobio Čajić (2014), narančastom bojom i brojem dva (2) rezultati koje je dobila Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017), a sivom bojom i brojem tri (3) prikazani su rezultati dobiveni u ovome radu.

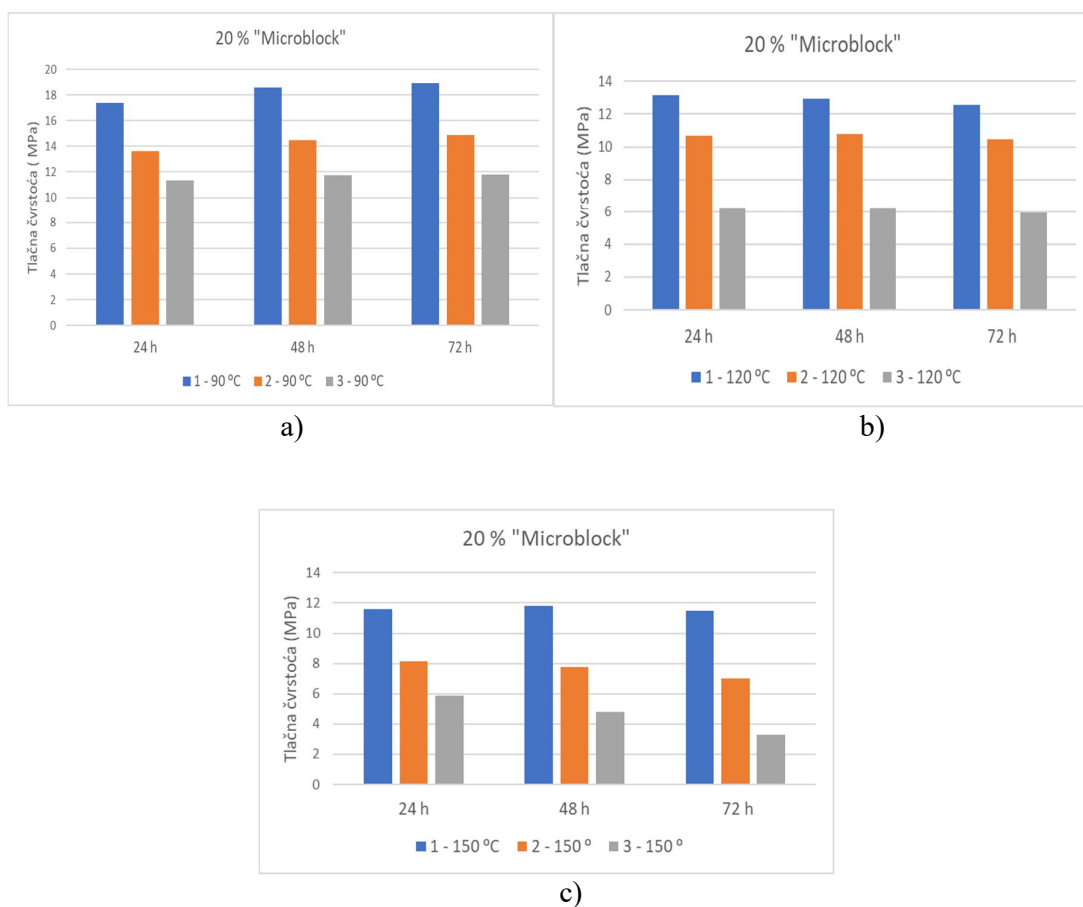
Na slici 5-26 prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka“ 10% u odnosu na masu cementa.



Slika 5-26. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 10% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)

Kao što je jasno vidljivo na slici 5-26, vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog kamena dobivene u ovom radu su čak i duplo manje. Ovome je uzrok veći vodocementni faktor. Zanimljivo je međutim da s povećanjem vremena očvršćavanja nema nekog većeg smanjenja tlačne čvrstoće cementnog kamena, čak niti na temperaturi od 150 °C, ali je ono ipak prisutno te bi stoga bilo potrebno provesti ispitivanja kako bi se razvijala tlačna čvrstoća kroz razdoblje dulje od 72 sata.

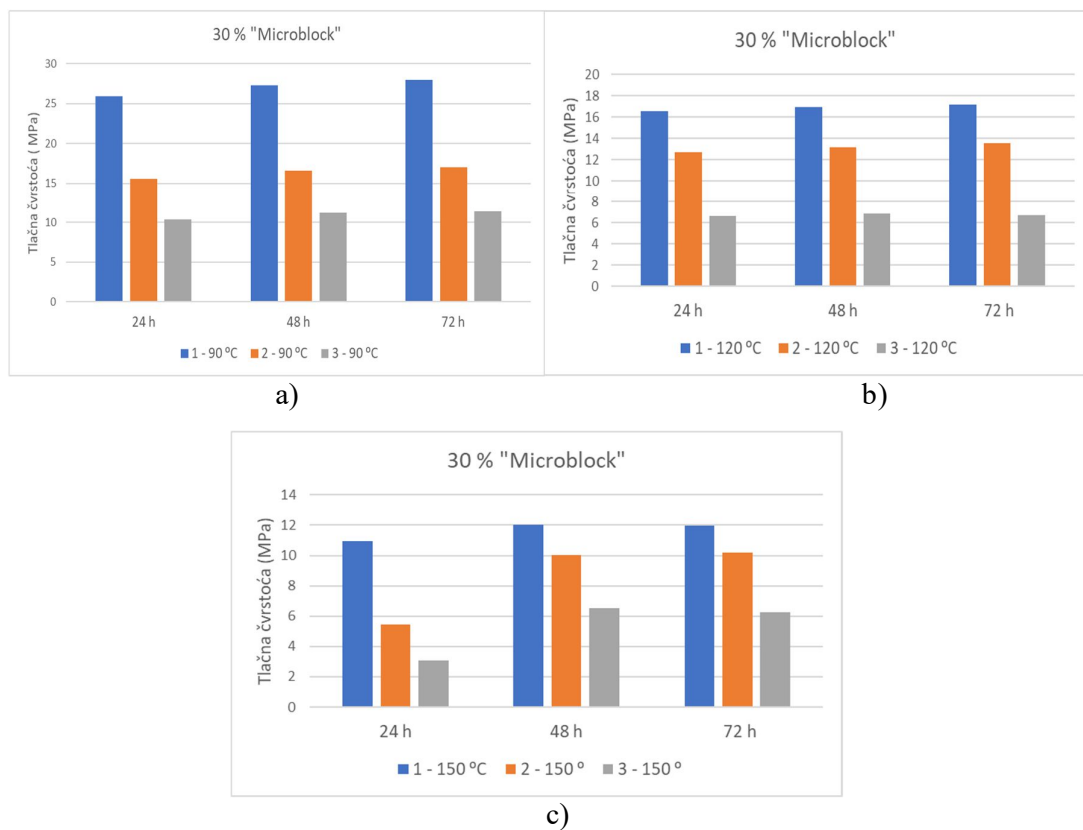
Na slici 5-27 prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka“ 20% u odnosu na masu cementa.



Slika 5-27. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 20% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)

Kada se cementnoj kaši doda „Microblock“ u udjelu od 20% može se vidjeti da su u sva tri uspoređivana ispitivanja vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog smanjuju. Također će i razlike između uspoređivanih vrijednosti tlačnih čvrstoća biti dosta veće te se može jasno vidjeti kako su vrijednosti dobivene u ovom radu znatno niže, a najviše je to očito na temperaturi od 150 °C gdje se može vidjeti da su vrijednosti tlačne čvrstoće čak i do 3,5 puta niže (3,3 MPa u odnosu na 11,48 MPa) od onih koje je dobio Čajić (2014). Kod udjela od 20% „Microblocka“ također je vidljivo i znatno smanjenje vrijednosti tlačnih čvrstoća za temperaturu od 150 °C, naročito u slučaju ispitivanom u ovom radu, a to je zbog većeg vodocementnog faktora.

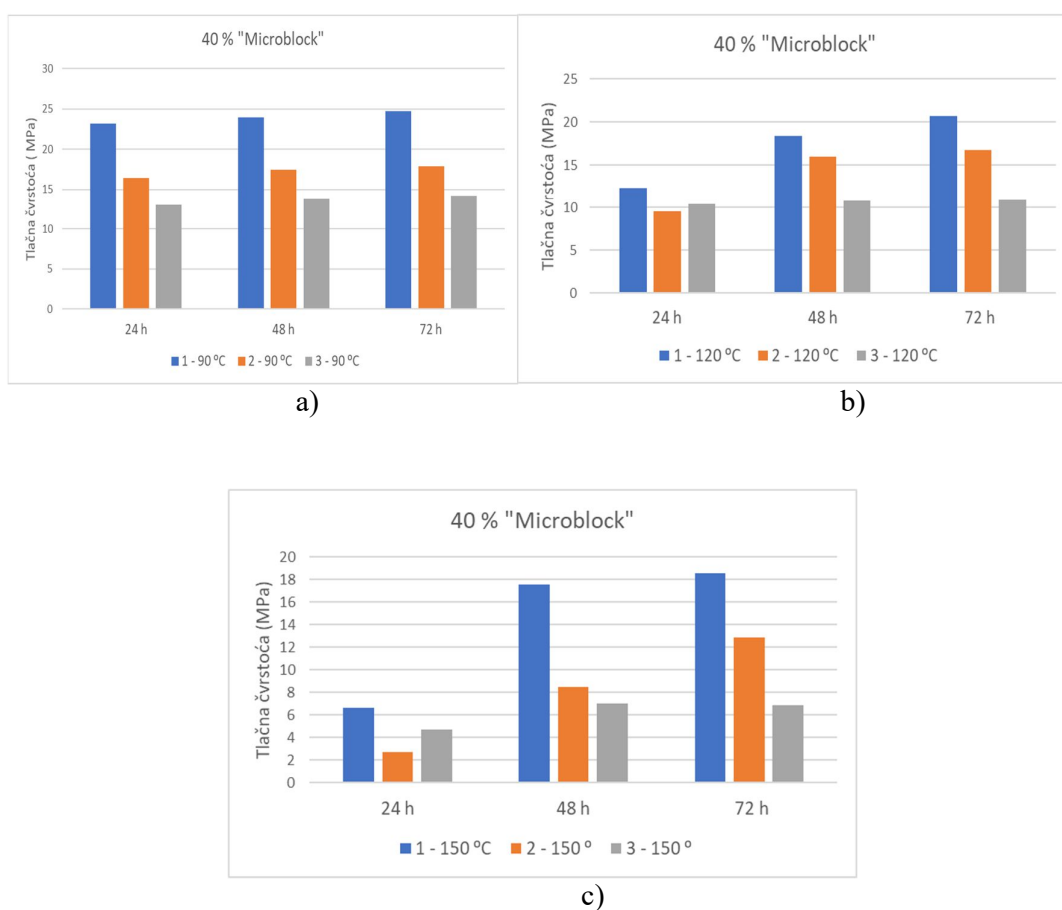
Na slici 5-28 prikazana je usporedba rezultata tlačnih čvrstoća kada je udio „Microblocka“ 30% u odnosu na masu cementa.



Slika 5-28. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 30% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)

Već kod udjela od 30% „Microblocka“ može se vidjeti kako on ustvari djeluje na tlačnu čvrstoću. Može se vrlo lako usporediti s rezultatima prikazanim primjerice na slici 5-27, gdje je bilo očito smanjenje tlačne čvrstoće u svim uspoređivanim slučajevima, dok već u ovom primjeru tlačna čvrstoća postignuta nakon 48 sati ispitivanja, gotovo pa zadržava tu vrijednost. Ovo se najlakše može vidjeti baš iz rezultata ispitivanja obrađenih u ovom radu gdje je vrijednost tlačne čvrstoće cementnog kamena kod udjela 20% „Microblocka“ nakon 72 sata bila gotovo pa upola manja od vrijednosti izmjerene nakon 24 sata.

Na slici 5-29 prikazana je usporedba vrijednosti tlačnih čvrstoća za 40% „Microblocka“ na masu cementa.



Slika 5-29. Usporedba utjecaja vremena očvršćavanja na vrijednosti tlačne čvrstoće za 40% „Microblocka“ na masu cementa pri 90 °C (a), 120 °C (b), 150 °C (c)

Sa slike 5-29 može se vidjeti i trend porasta tlačne čvrstoće cementnog kamena koji očvršćava pri 150 °C u slučaju kad se doda 40% „Microblocka“ na masu cementa. U sva tri provedena ispitivanja očito je sporo povećanje tlačne čvrstoće tijekom prvih 24 sata mjerenja,

dok već nakon 48 sati mjerenja tlačna čvrstoća postiže vrijednosti i do 3 puta veće. Prema ovome može se zaključiti kako bi se ovakvoj cementnoj kaši bilo potrebno dodavati ubrzivače da se smanji vrijeme zgušćavanja budući da bi se inače predugo čekalo na nastavak radova. Kao i u svim prethodnim slučajevima, tako su i ovdje vidljive puno manje vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog kamena u slučaju kada je vodocementni faktor veći. U ispitivanjima koja je obavio Čajić (2014), te Gaurina-Međimurec sa suradnicima (2017) može se vidjeti kako je dodavanjem Microblocka spriječeno daljnje opadanje tlačne čvrstoće cementnog kamena. Međutim kod rezultata koji su dobiveni u ovome radu prisutno je lagano smanjenje vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog kamena. Nakon 48 sati izmjerena vrijednost tlačne čvrstoće cementnog kamena iznosi 7,01 MPa, dok se nakon 72 sata ta vrijednost smanji na 6,89 MPa. Iz dobivenih rezultata ne može se zaključiti da li bi se tlačna čvrstoća stabilizirala na ovoj vrijednosti, ili bi se i dalje smanjivala. To upućuje na potrebu daljnjih ispitivanja tijekom duljeg perioda.

6. ZAKLJUČAK

U diplomskom radu prikazani su rezultati ispitivanja utjecaja suspenzije kvarcnog praha u vodi („Microblocka“) na tlačnu čvrstoću cementnog kamena i na svojstva cementne kaše. Dodavanjem „Microblocka“ viskoznost cementne kaše raste te je potrebno dodati dispergator kako bi cementnu kašu uopće bilo moguće zamiješati.

Cilj ovog rada prvenstveno je bio ispitivanje utjecaja suspenzije kvarcnog praha u vodi na tlačnu čvrstoću cementnog kamena, koristeći vrlo jednostavan sastav cementne kaše.

Iz prikazanih rezultata ispitivanja i njihove usporedbe s rezultatima prethodno provedenih ispitivanja može se zaključiti da se s povećanjem količine vode u cementnoj kaši vrijednosti tlačnih čvrstoća smanjuju te da i s dodatkom od 30% i 40% „Microblocka“ nije moguće u potpunosti spriječiti opadanje tlačne čvrstoće cementnog kamena na visokim temperaturama (> 110 °C). U ispitivanjima obavljenima u okviru ovog rada, bez obzira na količinu dodanog „Microblocka“ , vrijednosti tlačne čvrstoće cementnog kamena bile su znatno manja od vrijednosti tlačne čvrstoće koju su postignute s manjom količinom vode. Nadalje, brže se postiže određeni maksimum tlačne čvrstoće, te je daljnji rast usporen, ili ga uopće nema. Smanjenje tlačne čvrstoće cementne kaše bilo je prisutno čak i u slučaju kada je korišten „Microblock“ u količini od 40% na masu cementa.

Sudeći po prikazanim rezultatima bilo bi potrebno provesti ispitivanja kako bi se kretala vrijednost tlačne čvrstoće cementnog kamena tijekom mjerenja koje bi trajalo dulje od 72 sata. U svakom slučaju, provedena ispitivanja su od iznimne važnosti za primjenu „Microblocka“ 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.

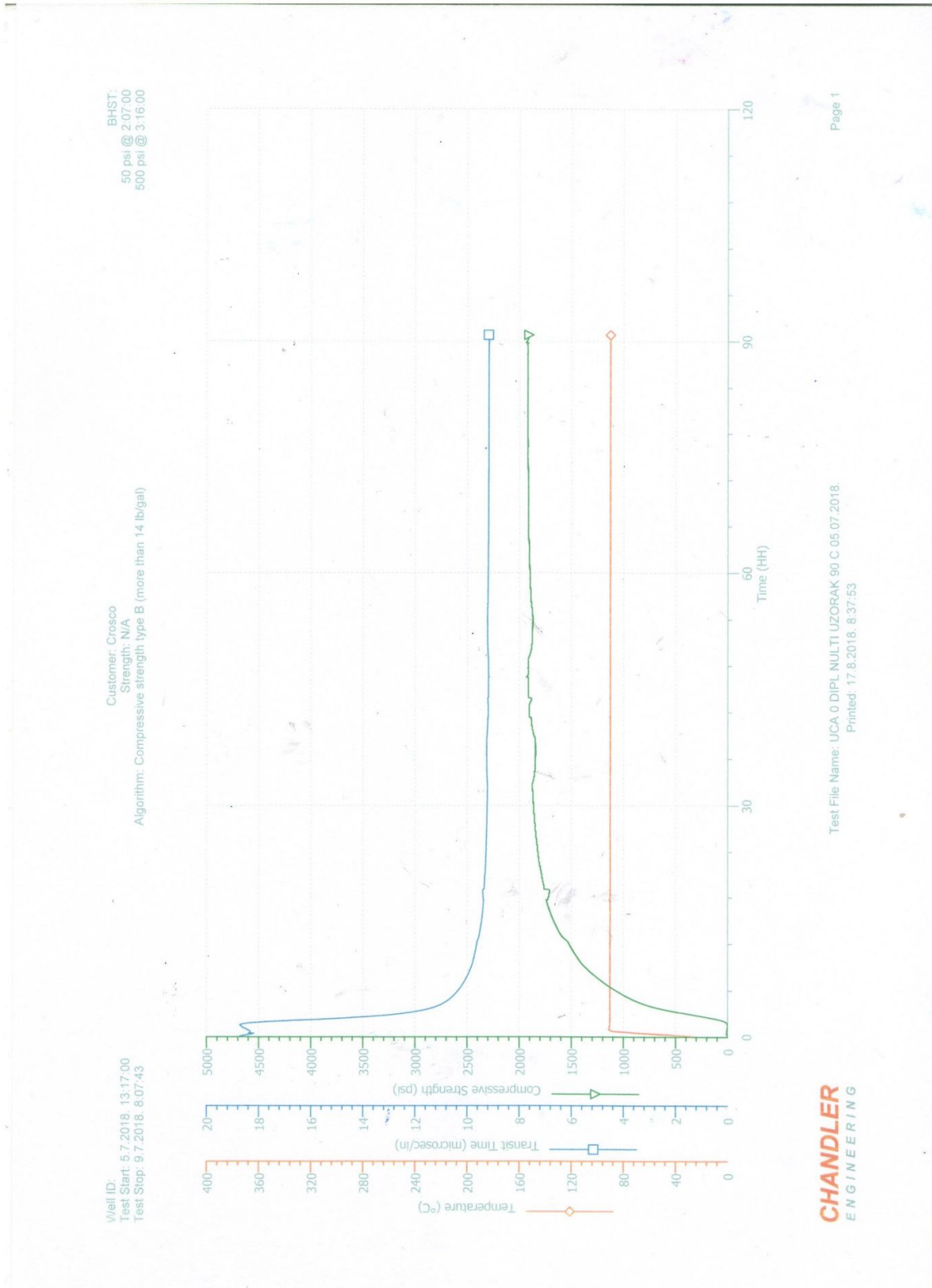
7. POPIS LITERATURE

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. 2016./2017., 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. JOHNSON, C.R., KNOWLES J., RØNNEKLEIV B.: Addressing the Health Risks of Silica Cement: A Custom Solution for Norway, Presented at the SPE Bergen One Day Seminar held in Bergen, Norway, 20 April 2016.
9. NELSON, E.B., 1990. "Well Cementing", Dowell Schlumberger Educational Services, Houston, USA.
10. REVIL, P., LENDE G., JUSTNES, H.: Successful Use of a Liquid Strength Retrogression Prevention Additive, Presented at the Offshore Mediterranean Conference and Exhibition in Ravenna, Italy, March 28-30, 2007.
11. SAUNDERS; C.D., WALKER, W. A., 1954. "Strength of Oil Well Cements and Additives Under High Temperature Well Conditions", The Fall Meeting of The Petroleum Branch, AIME, San Antonio, Texas, 17-20 October.
12. SMITH, D.K.: Cementing, Volume 4, H.L. Doherty Series, Second Printing, New York, 1976.

Internet izvori:

13. ELKEM, 2018
URL:<https://www.elkem.com/silicon-materials/products-and-markets/oilfield-solutions/microblock> ; (14.6.2018.)
14. OFI Testing Equipment, 2018 (a)
URL:<http://www.ofite.com/products/cement-testing/product/248-cement-permeameter>; (15.6.2018.)
15. OFI Testing Equipment, 2018 (b)
URL:<http://www.ofite.com/products/cement-testing/product/2325-model-20-constant-speed-blender-4-liter> ; (15.6.2018.)
16. OFI Testing Equipment, 2018 (c)
URL:<http://www.ofite.com/products/drilling-fluids/product/43-mud-balance-4-scale-metal> ; (15.6.2018.)
17. OFI Testing Equipment, 2018 (d)
URL:<http://www.ofite.com/products/cement-testing/product/2230-model-1100-viscometer> ; (15.6.2018.)
18. OFI Testing Equipment, 2018 (e)
URL:<http://www.ofite.com/products/drilling-fluids/product/560-filter-press-low-pressure-bench-mount-with-co2-pressure-assembly> ; (3.9.2018.)
19. CHANDLER ENGINEERING, 2017
URL:<https://www.chandlereng.com/products/oilwellcementing/compressivestrength/ultrasonic-cement-analyzers-uca/model4265ht> ; (3.9.2018.)

Prilog 1: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati

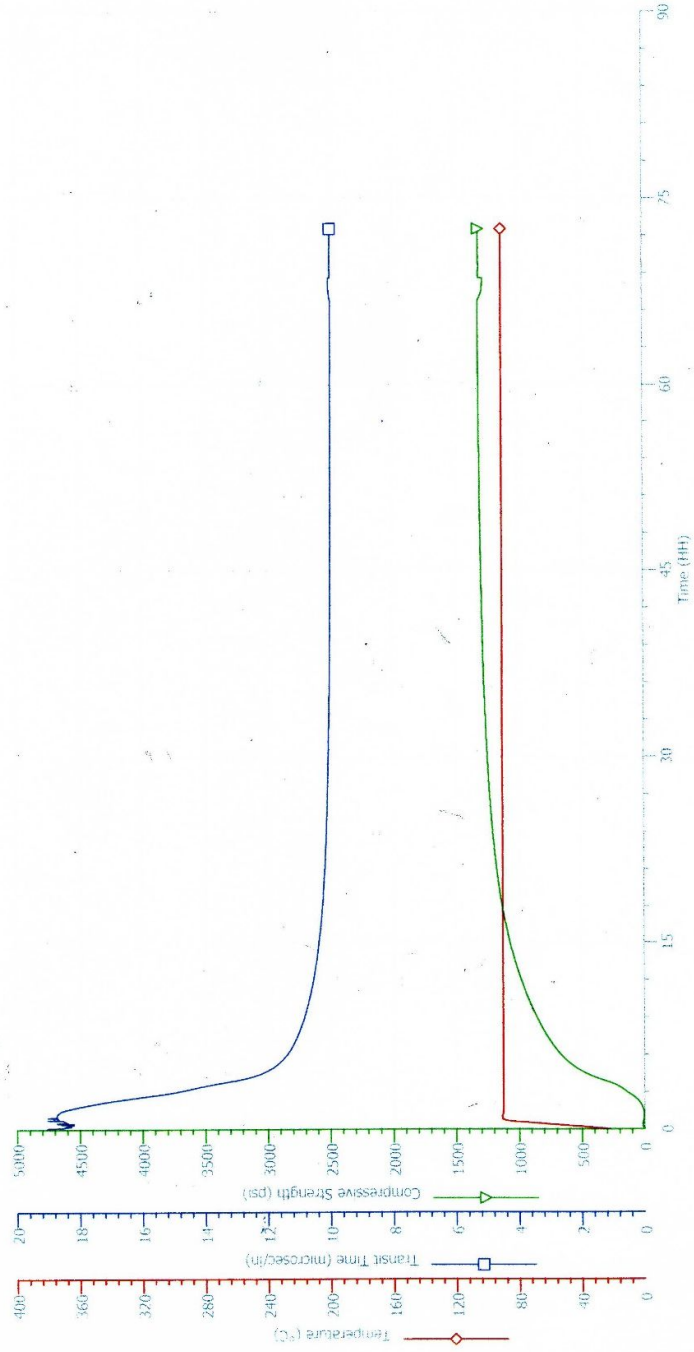


Prilog 2: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 10% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata

Cell ID: BHST
 Test Start: 7/18/2018 2:18:30
 Test Stop: 7/19/2018 4:41:30

Customer: Grosch
 Strength: 13004 psi
 Algorithm: Compressive strength type B (more than 14 lb/gal)

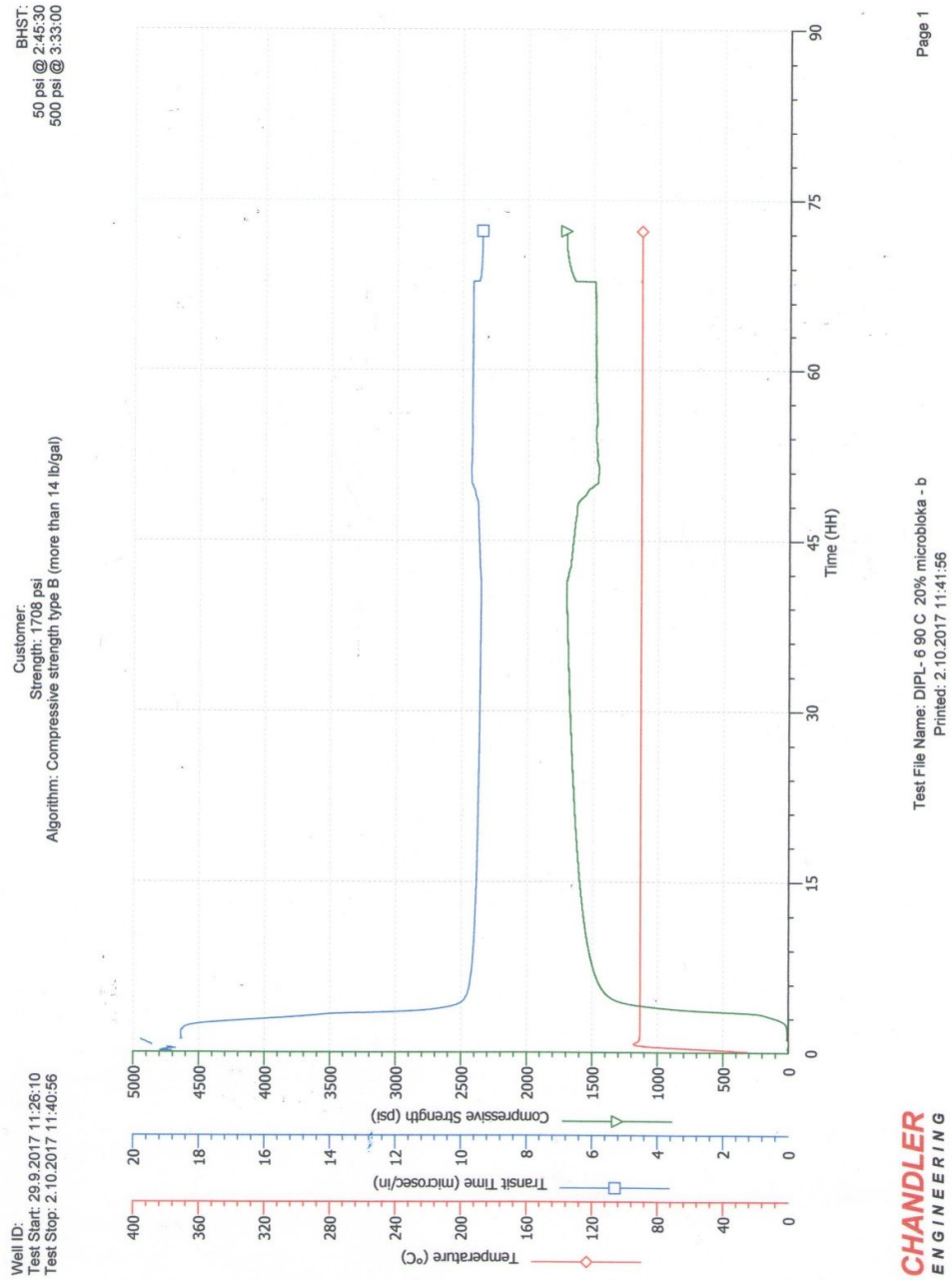
Cell ID:
 Test Start: 17/8/2018 10:26:13
 Test Stop: 20/8/2018 10:59:19



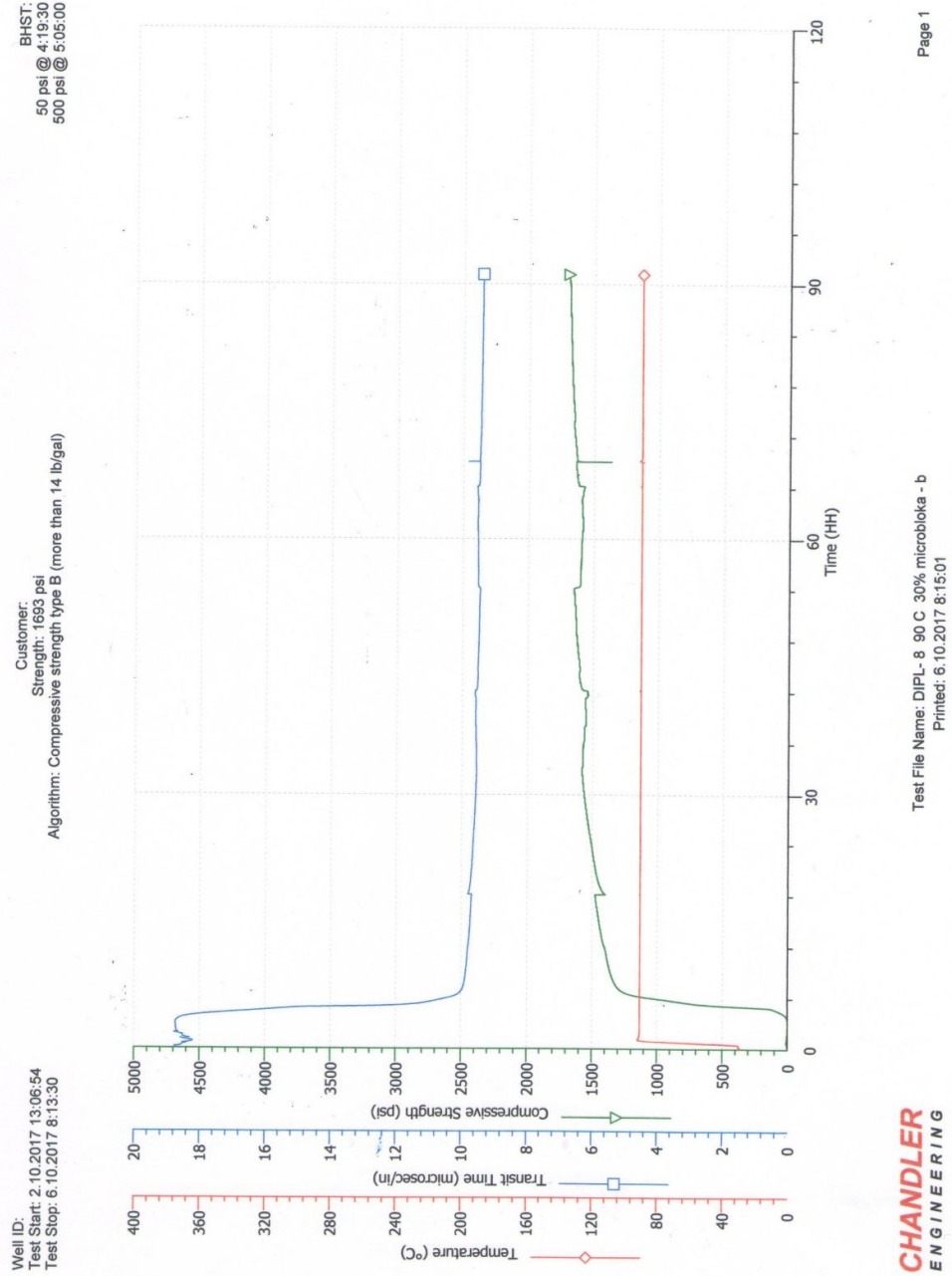
Test File Name: UCA_4_DIP1_10%MICROBLOCK_90C_17/08/2018
 Printed: 21/8/2018 8:57:26

CHANDLER
 ENGINEERING

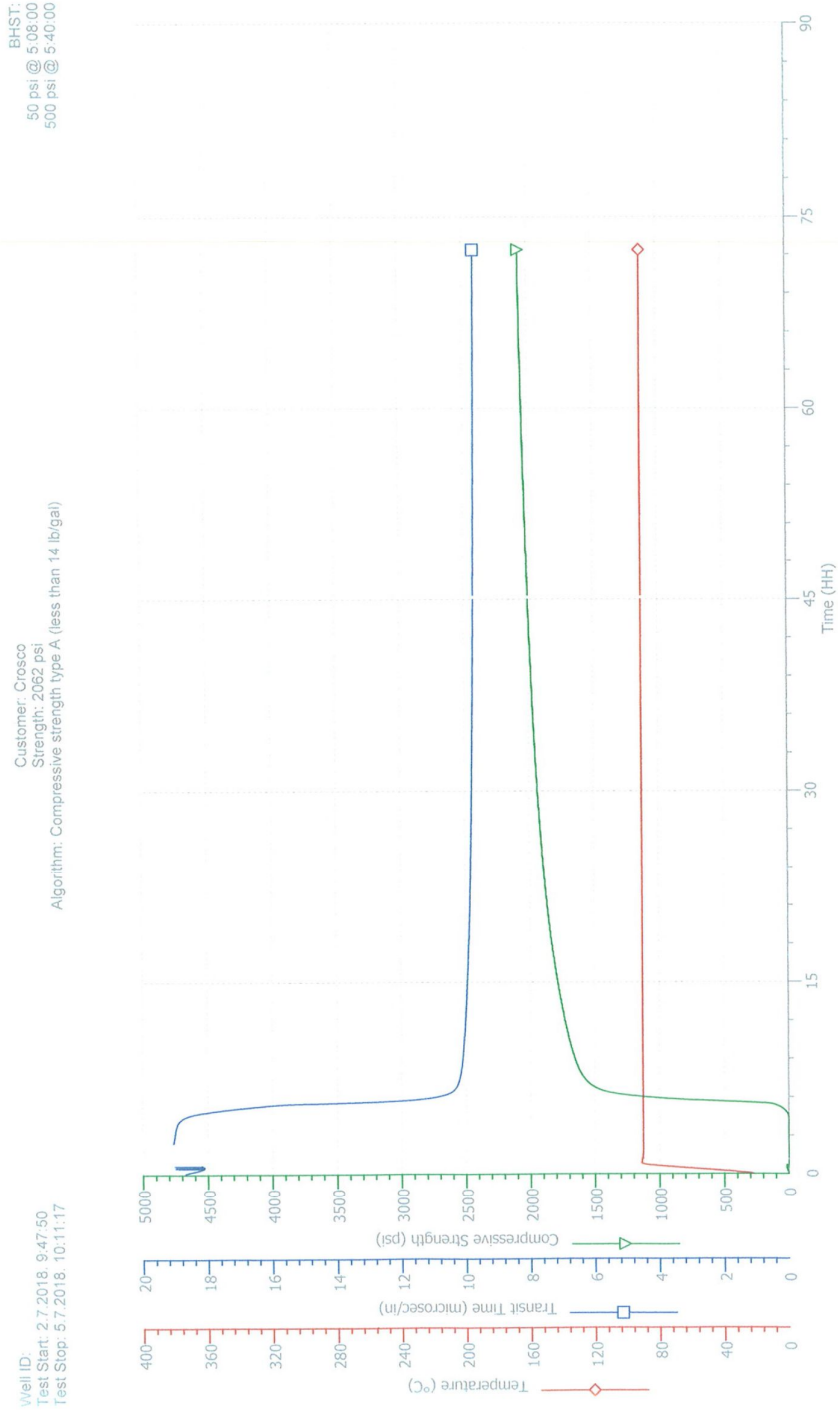
Prilog 3: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 20% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



Prilog 4: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 30% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati



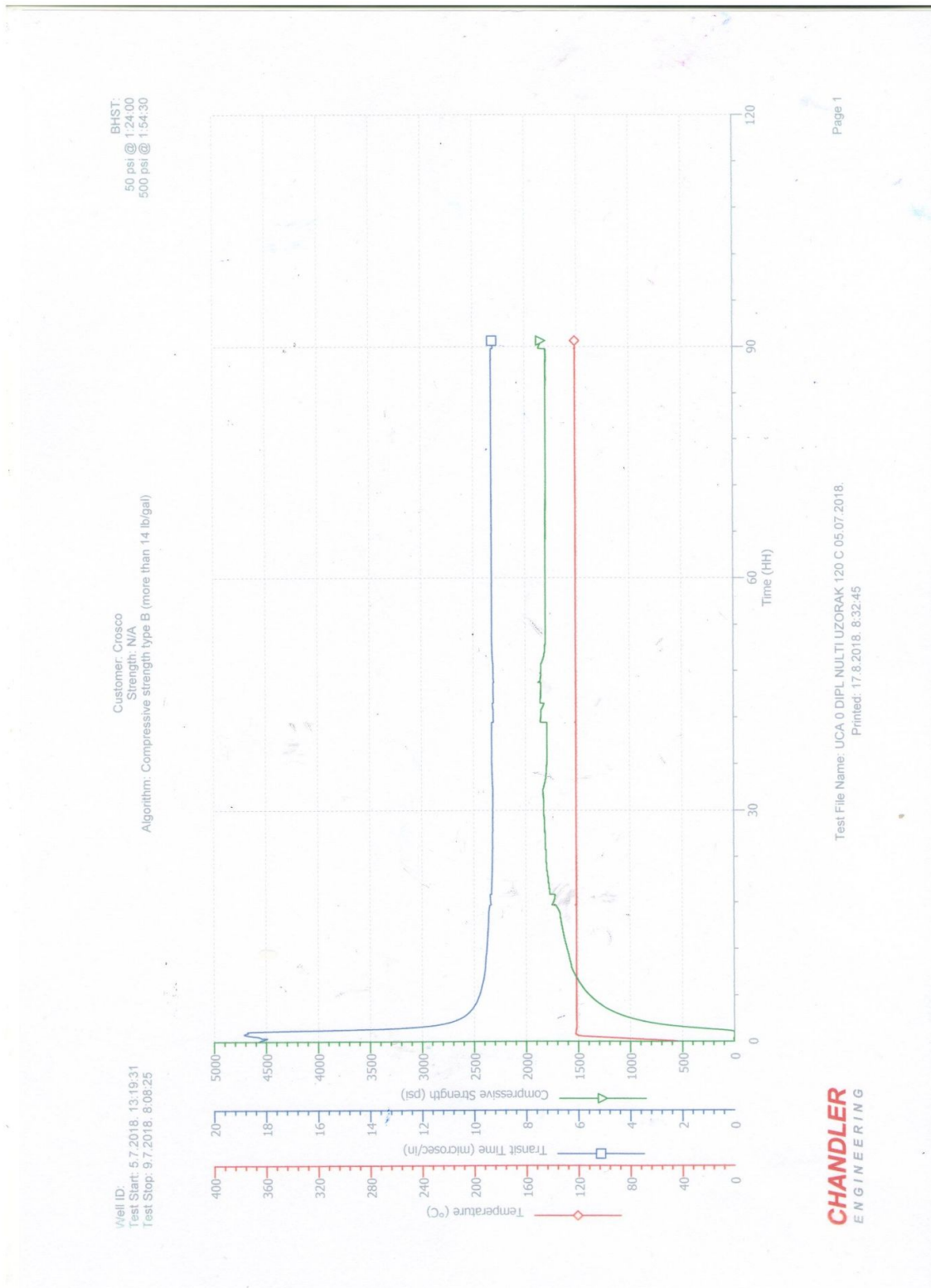
Prilog 5: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak „Microblocka“ 40% na masu cementa pri temperaturi 90 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



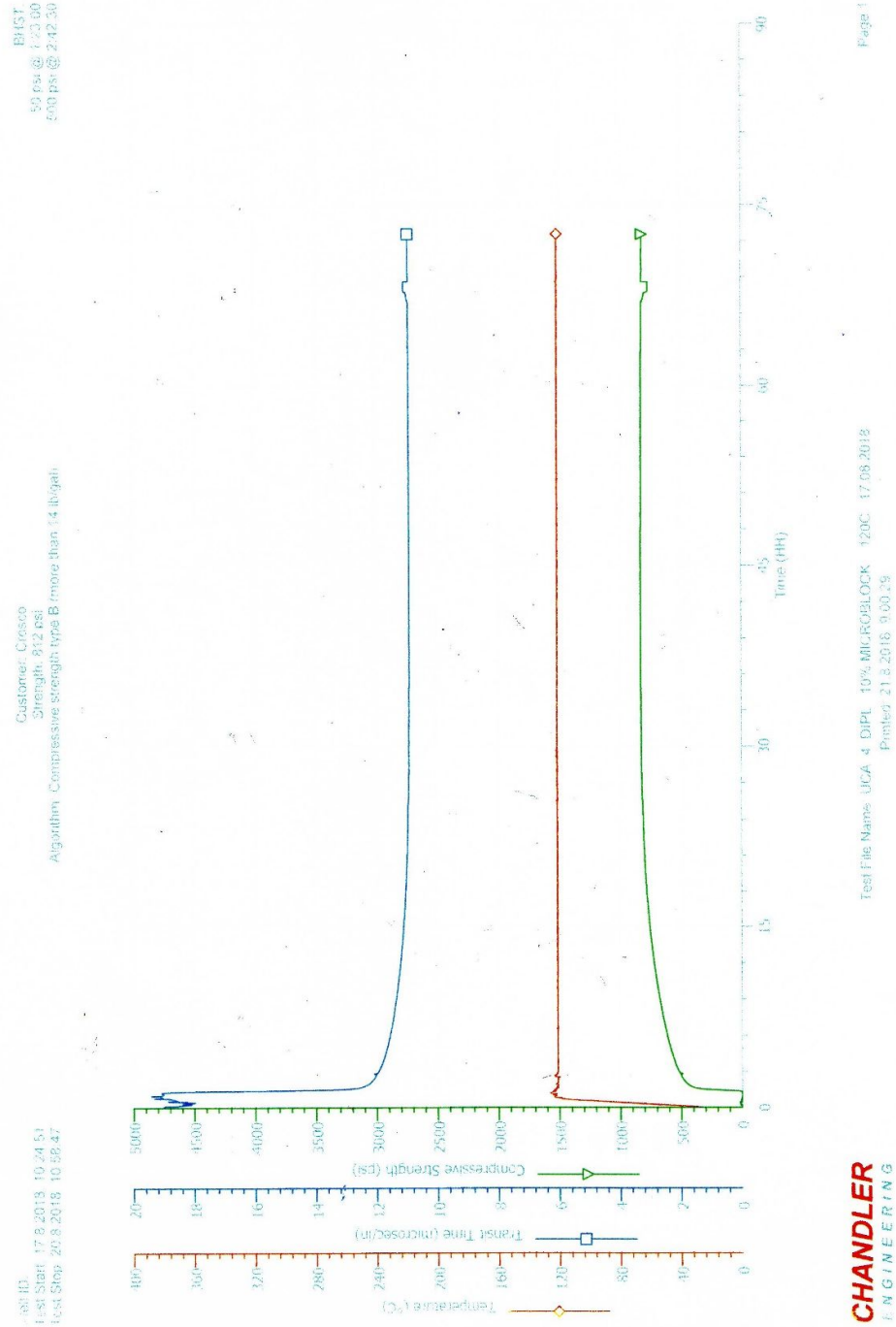
Test File Name: UCA 14 DIPL 40% MICROBLOCK 90C 02.07.2018.
 Printed: 5.7.2018. 10:11:31

CHANDLER
 ENGINEERING

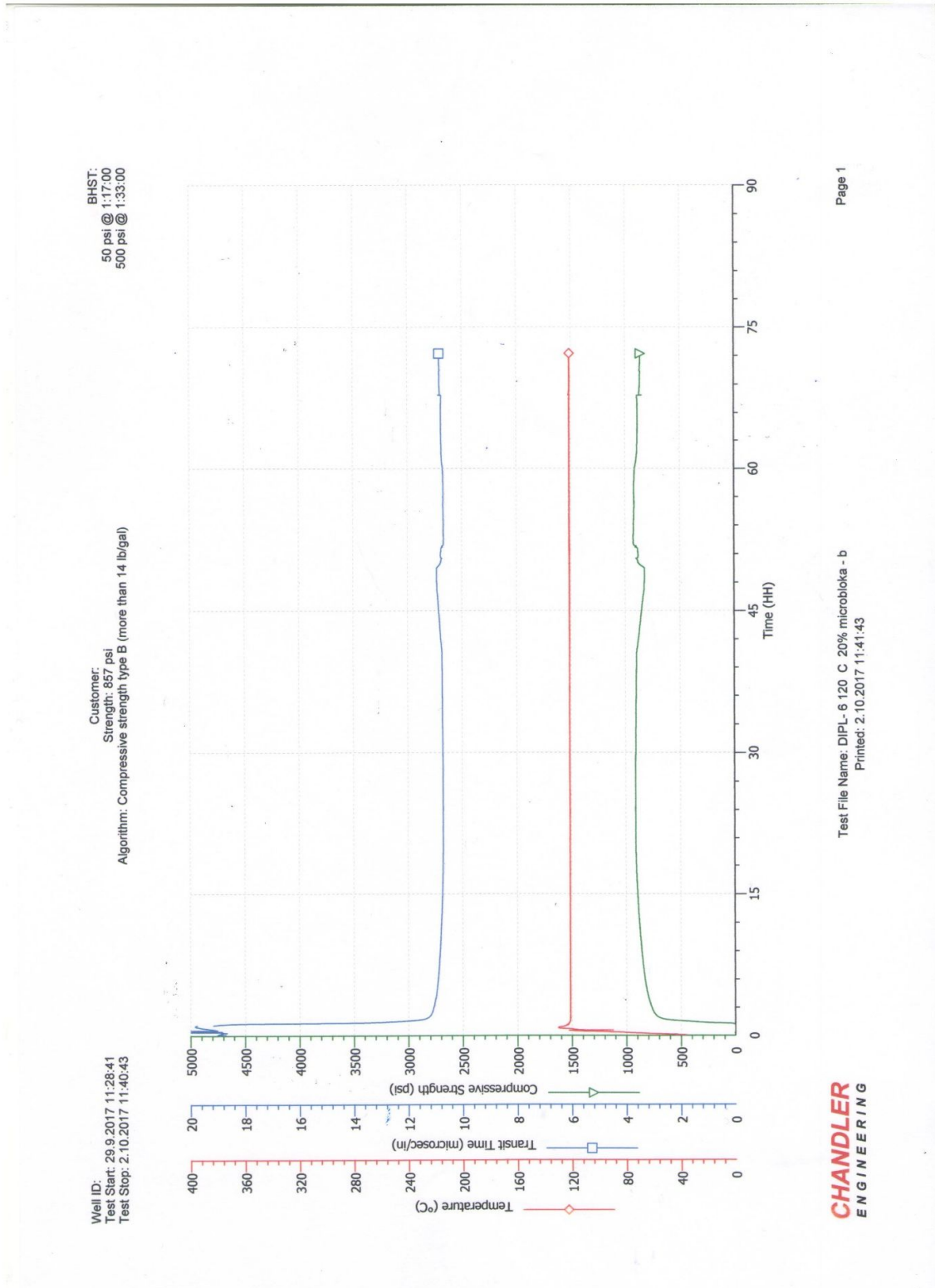
Prilog 6: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati



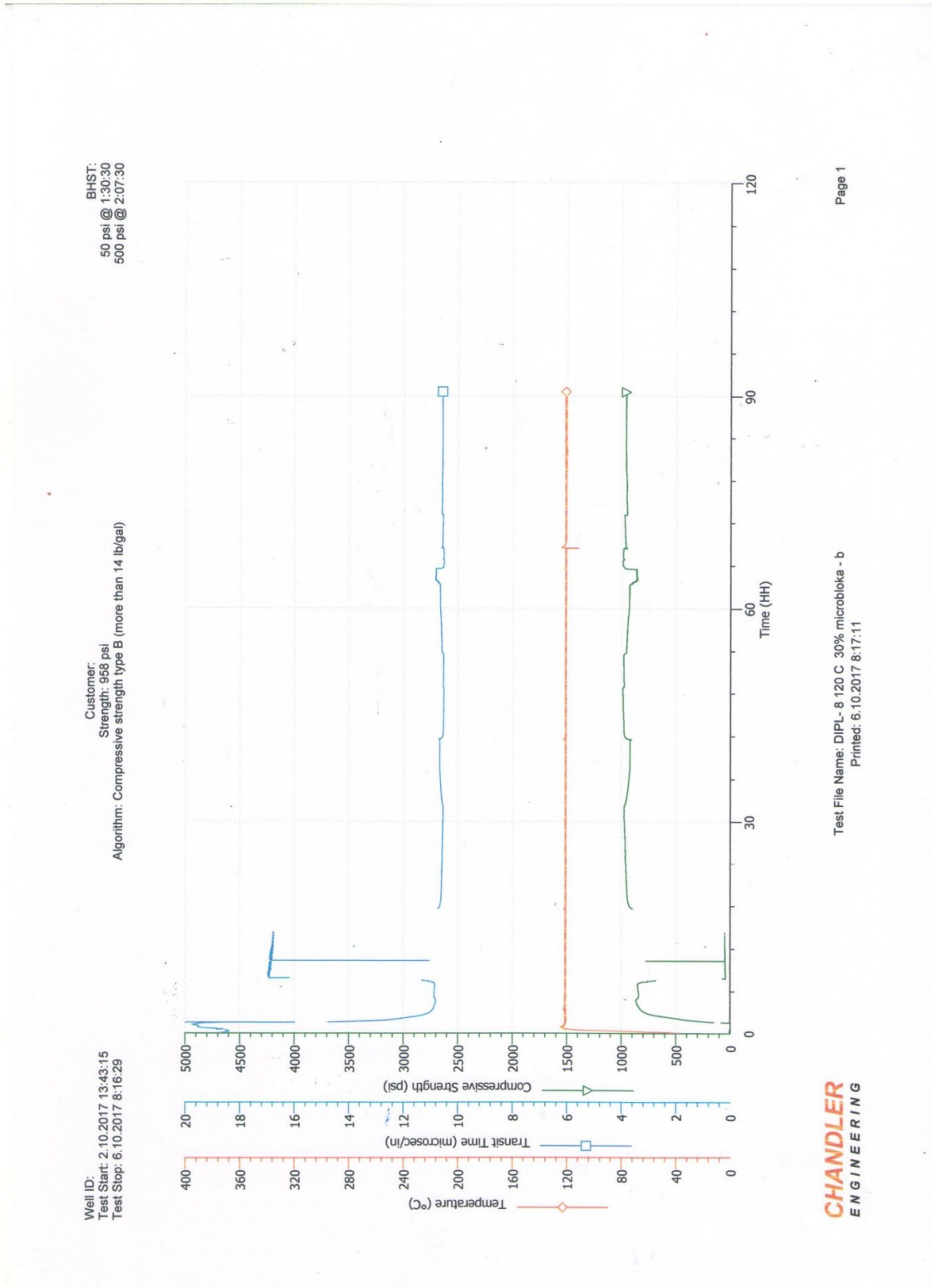
Prilog 7: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 10% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



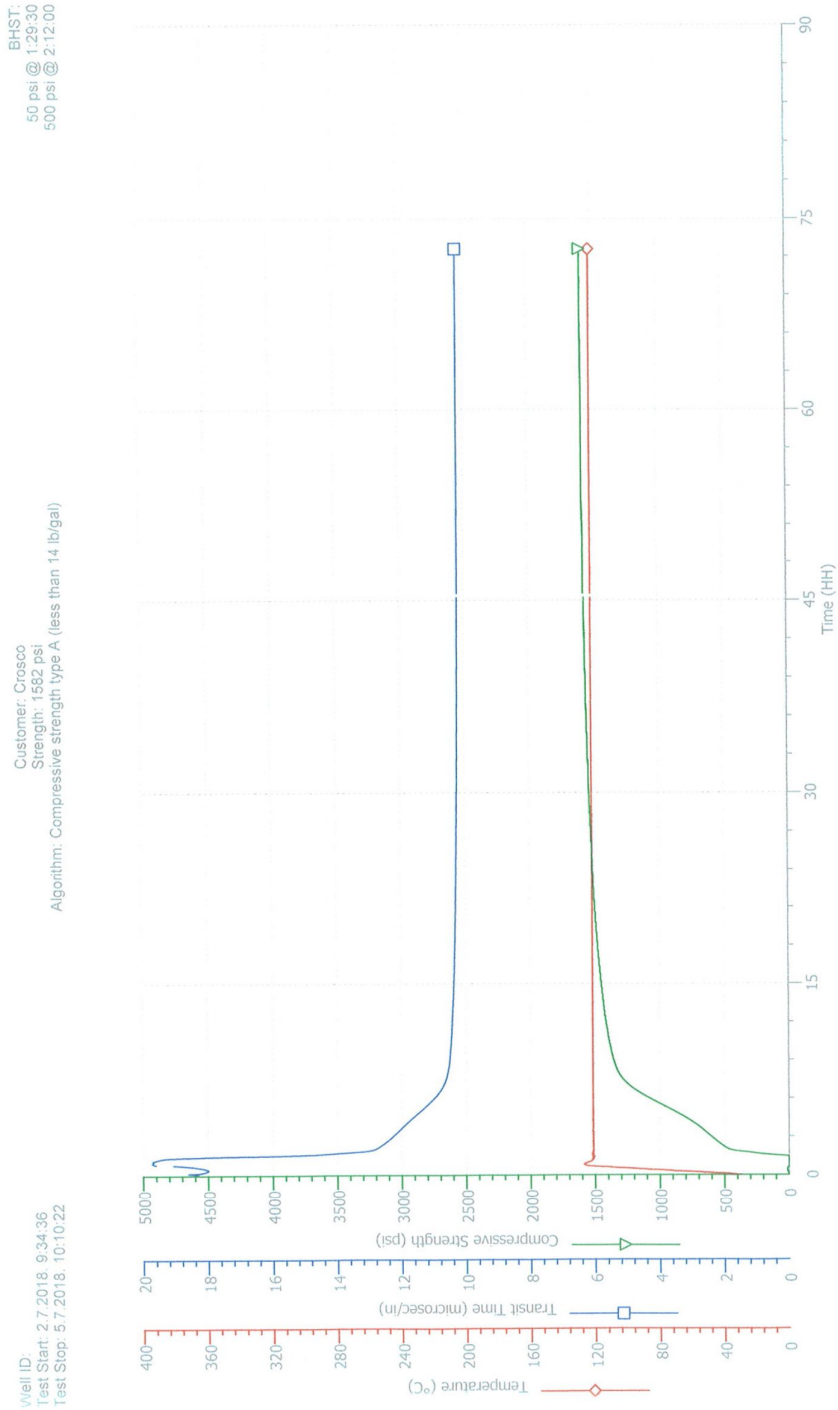
Prilog 8: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 20% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



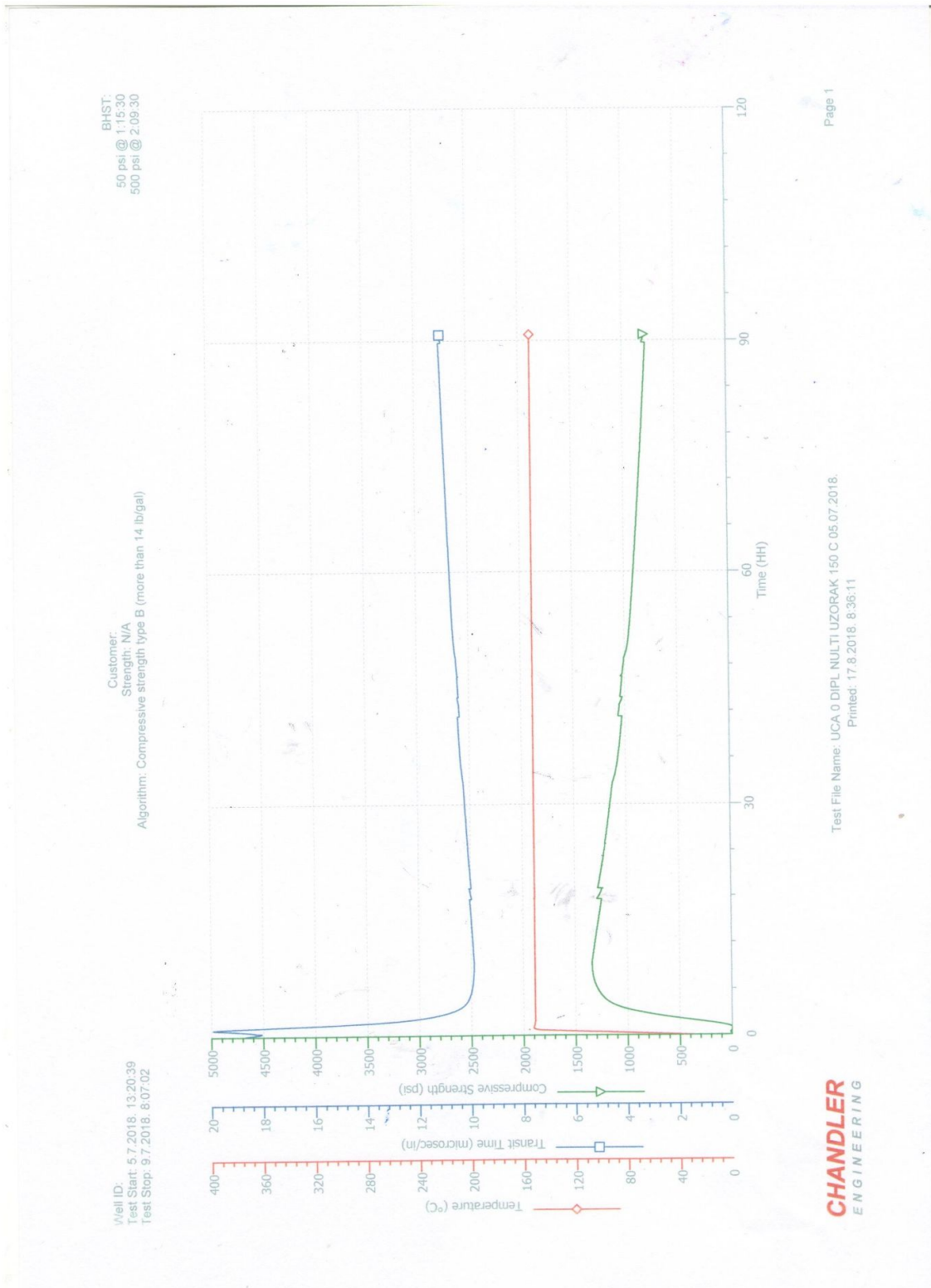
Prilog 9: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 30% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati



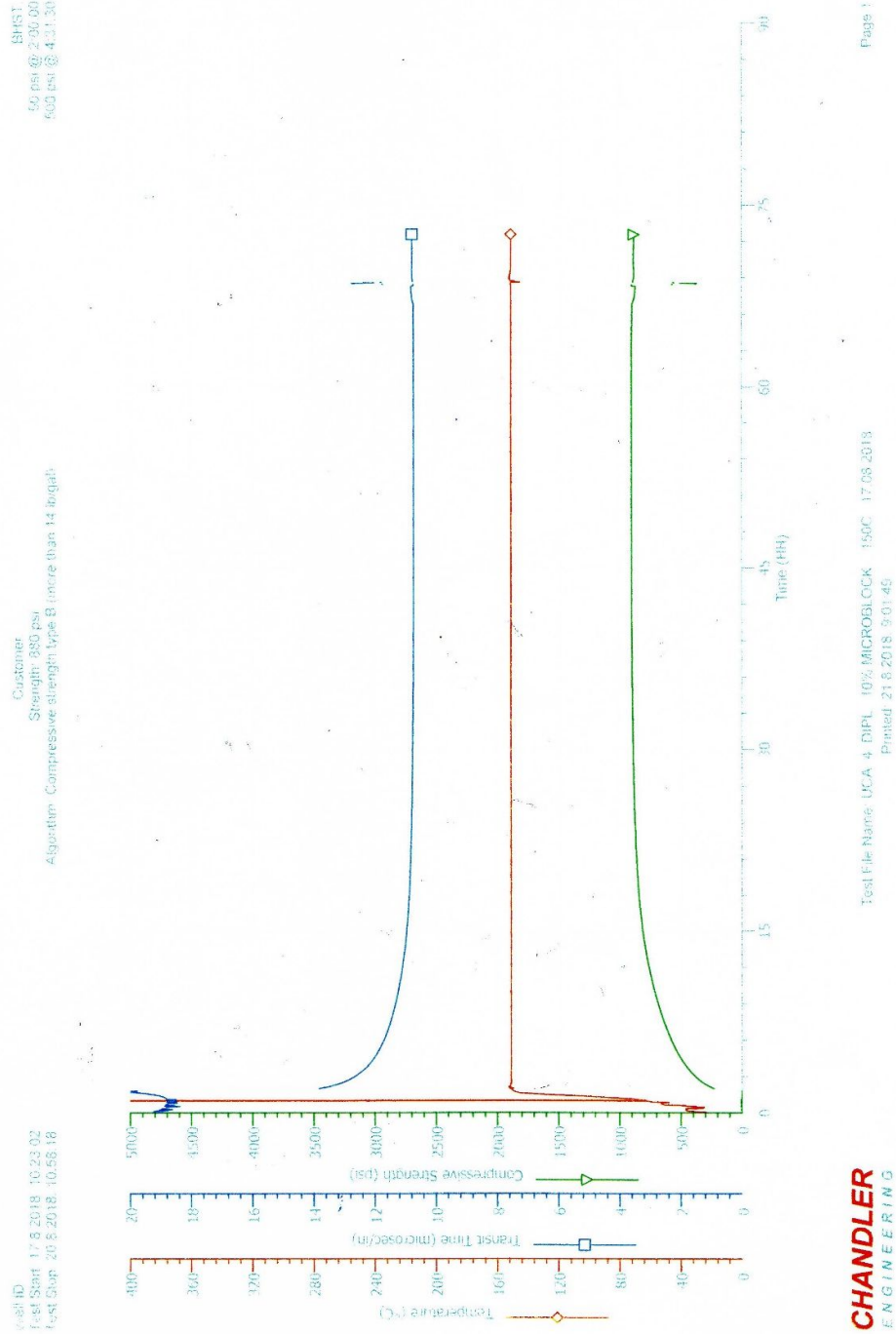
Prilog 10: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 40% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 120 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



Prilog 11: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena bez dodatka „Microblocka“ pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati

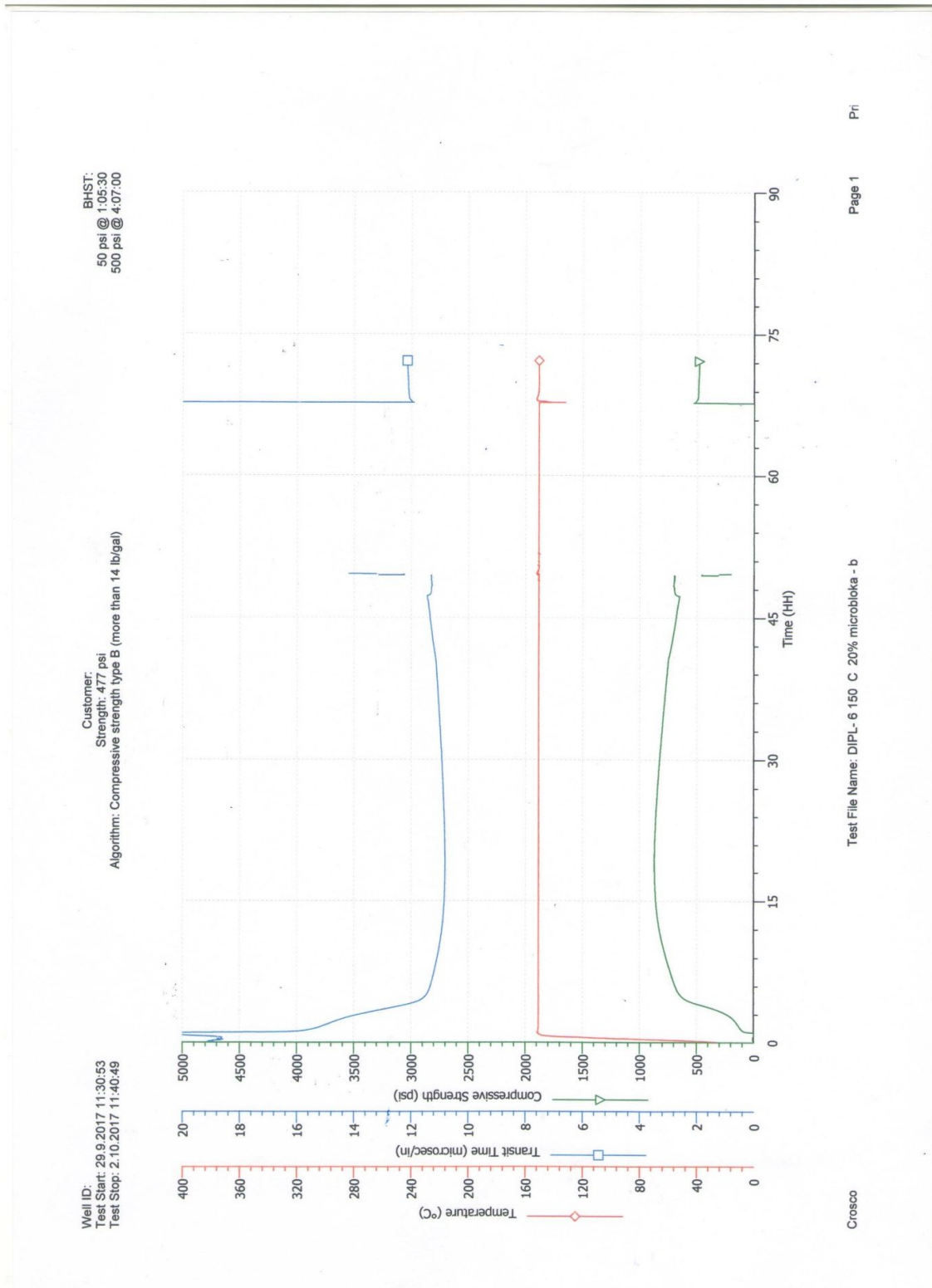


Prilog 12: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 10% „Microblocka“
 na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata

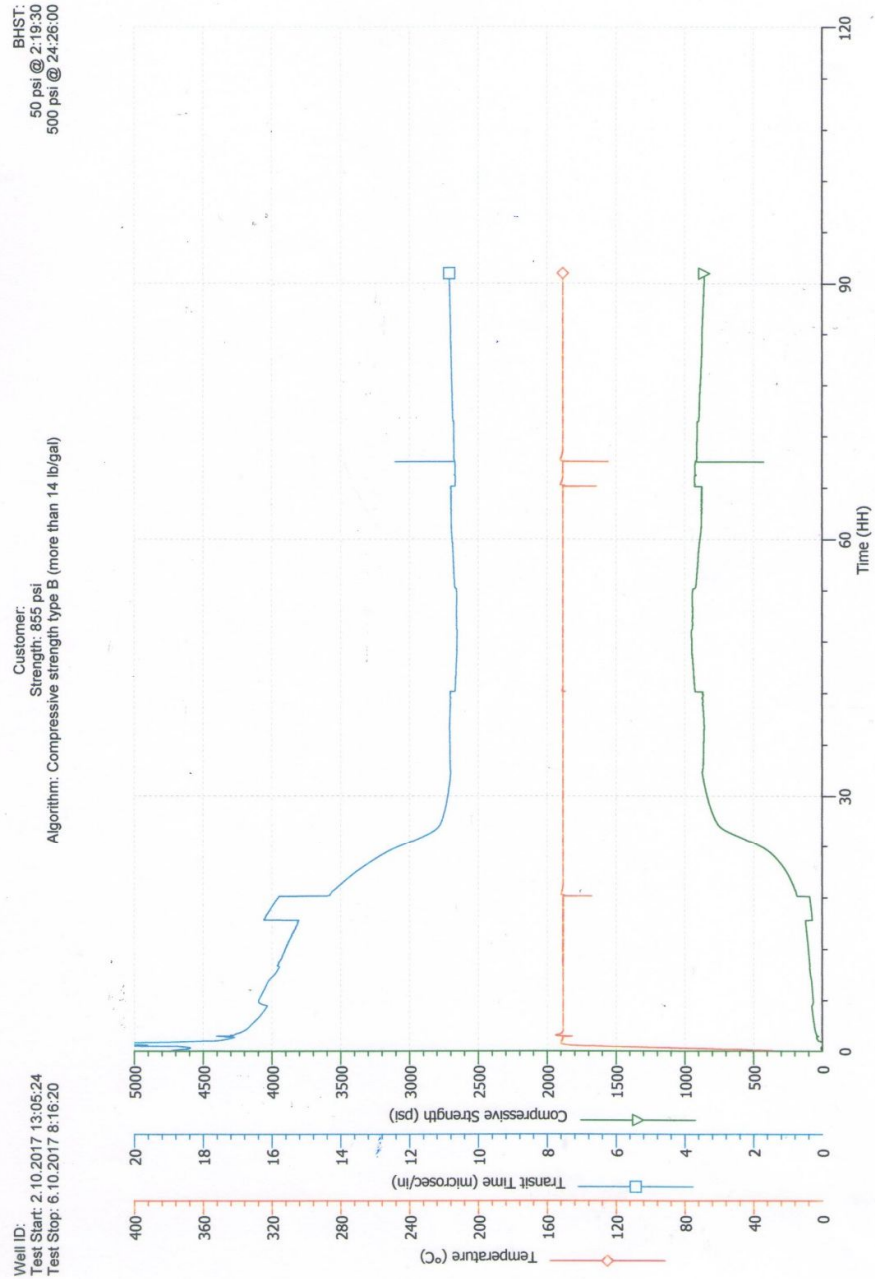


CHANDLER
 ENGINEERING

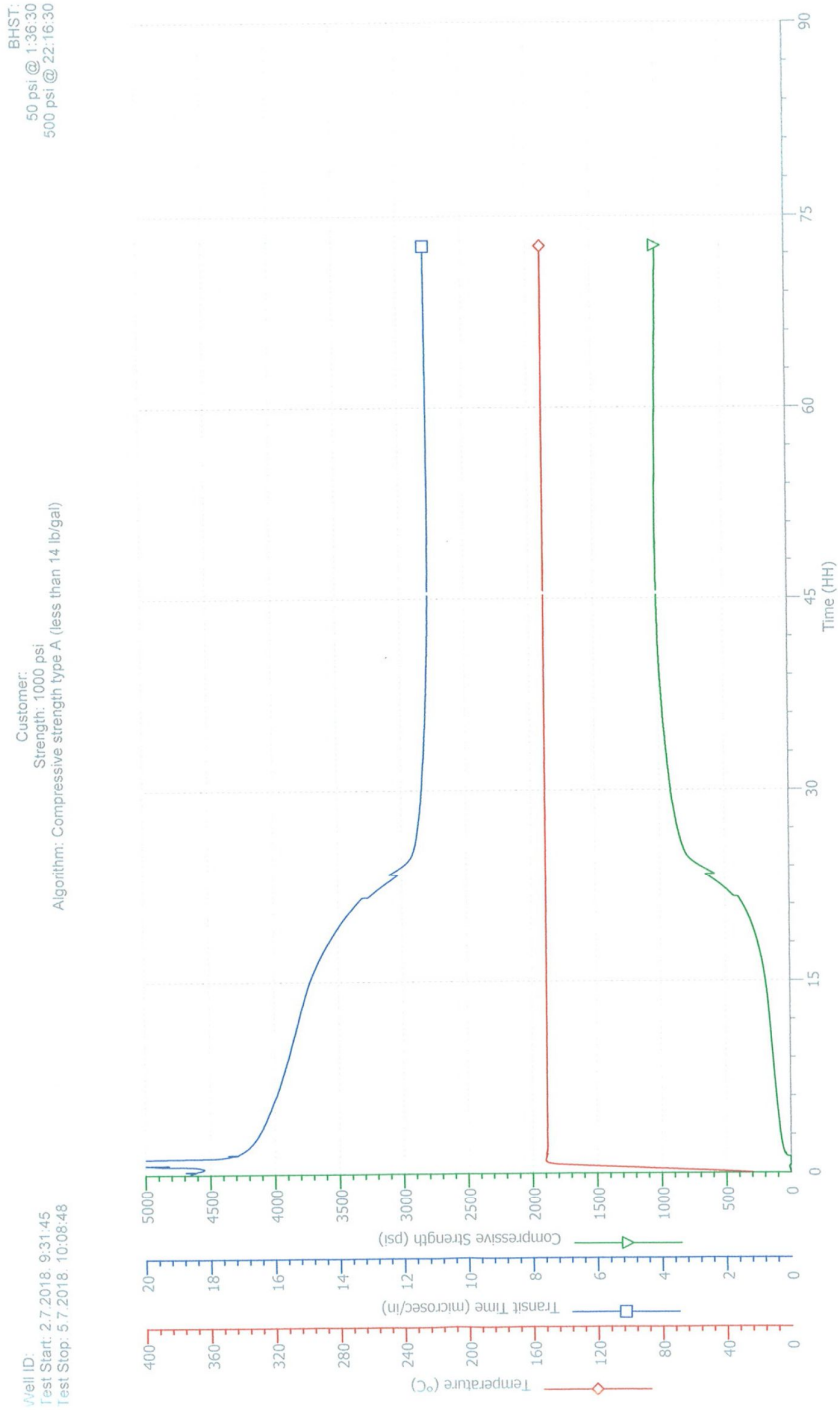
Prilog 13: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 20% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



Prilog 14: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 30% „Microblocka“
na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 90 sati



Prilog 15: Ispitivanje tlačne čvrstoće cementnog kamena uz dodatak 40% „Microblocka“ na masu cementa pri temperaturi 150 °C i tlaku 35 MPa; trajanje ispitivanja 72 sata



IZJAVA

Izjavljujem da sam diplomski rad pod nazivom „Utjecaj „Microblock“-a na svojstva cementne kaše i tlačnu čvrstoću cementnog kamena“ izradio samostalno na temelju znanja i vještina stečenih na Rudarsko-geološko-naftnom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu i uz korištenje navedene literature.

Matej Šeb