

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II»

*На правах рукописи*

Алхаззаа Мохаммад



ОБОСНОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ТАМПОНАЖНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ  
КРЕПЛЕНИЯ СКВАЖИН В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУР

Специальность 2.8.2. Технология бурения и освоения скважин

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:  
кандидат технических наук, доцент  
Нуцкова М.В.

Санкт-Петербург – 2025

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ .....</b>	<b>4</b>
<b>ГЛАВА 1 АНАЛИЗ ТЕХНИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ И МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ КРЕПЛЕНИЯ СКВАЖИН В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ПЛАСТОВЫХ ТЕМПЕРАТУР .....</b>	<b>10</b>
1.1 Обзор мирового и отечественного опыта крепления скважин в условиях высоких пластовых температур .....	10
1.2 Состав и свойства портландцемента и применяемых нанодобавок .....	20
1.2.1 Классификация цементов .....	21
1.2.2 Применение нанотехнологий .....	22
1.3 Выводы по Главе 1 .....	25
<b>ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДОЛОГИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ТАМПОНАЖНЫХ СОСТАВОВ .....</b>	<b>27</b>
2.1 Материалы .....	27
2.2 Подготовка образцов и отверждение .....	34
2.3 Методы .....	37
2.4 Измерение прочности на сжатие .....	39
2.5 Измерение прочности на растяжение .....	43
2.6 Измерение проницаемости .....	46
2.7 Измерение прочности сцепления цемента с металлом .....	49
2.8 Выводы по Главе 2 .....	52
<b>ГЛАВА 3 РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ .....</b>	<b>54</b>
3.1 Оценка влияния нанодобавок на прочность формируемого цементного камня на сжатие и растяжение .....	54
3.2 Оценка влияния нанодобавок на проницаемость формируемого цементного камня .....	59

3.3 Результаты исследований влияния нанодобавок на адгезию на границе «металл-цементный камень» .....	62
3.5 Выводы по Главе 3.....	64
<b>ГЛАВА 4 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ВЫВОД НАПРЯЖЕНИЯ СДВИГА В ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СКВАЖИНАХ И ЕГО СВЯЗЬ С УСТОЙЧИВОСТЬЮ СКВАЖИНЫ .....</b>	<b>67</b>
4.1 Разработка алгоритма расчета прочности крепи скважины при воздействии сдвиговых напряжений горных пород в термобарических условиях .....	67
4.2 Выводы по Главе 4.....	77
<b>ГЛАВА 5 ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА РАЗРАБОТАННЫХ СОСТАВОВ .....</b>	<b>78</b>
5.1 Экономическая оценка разработанных тампонажных составов.....	78
5.2 Выводы по Главе 5.....	82
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....</b>	<b>83</b>
<b>СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....</b>	<b>85</b>
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ .....</b>	<b>86</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А Акт внедрения результатов диссертационного исследования в промышленности (ООО «Гранула») .....</b>	<b>103</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б Свидетельства о государственной регистрации патента на изобретение.....</b>	<b>104</b>

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Актуальность темы исследования**

Разработка термостойких тампонажных растворов для крепления скважин обусловлена тем, «что наиболее существенным изменением структуры портландцемента при температурах выше 110°C является снижение прочности, характеризующееся значительными химическими и микроструктурными изменениями» [15, 22, 110].

Значительно увеличить термостойкость цемента при температурах выше 110°C позволяет добавление частиц кремнезема ( $\text{SiO}_2$ ) или минеральной ваты. Благодаря способности частиц наноглины или углеродных нанотрубок заполнять капиллярные микропоры за счёт сравнительно небольшого размера, они в настоящее время используются в цементной промышленности для повышения плотности упаковки цементной матрицы [12, 44, 105].

Надежность и долговечность тампонажных материалов имеют решающее значение для обеспечения герметичности скважин, предотвращения утечек и минимизации производственных рисков [11, 35].

Традиционные цементные составы, применяемые при креплении скважин, часто демонстрируют снижение механических характеристик и термической устойчивости в условиях экстремальных температур, что приводит к ухудшению структурной целостности скважин, увеличению затрат на ремонтные работы и повышению экологических рисков [27, 64, 130].

### **Степень разработанности темы исследования**

Учеными, работавшими над данной проблемой, предлагались различные способы её решения: «применение быстросхватывающихся тампонажных композиций, ввод набухающих добавок в состав цементного раствора и многие другие. Но все эти разработки требуют наличия дополнительных химических реагентов и оборудования, оперативно доставить которые на скважину невозможно. В связи с этим разработка составов тампонажных смесей и технологических схем их

оперативного применения, позволяющих повысить эффективность изоляционных работ, представляется весьма актуальной задачей.

Значительный вклад в развитие научных представлений о процессах тампонирования скважин внесли отечественные и зарубежные исследователи Агзамов Ф.А., Двойников М.В., Зимина Д.А., Кожевников Е.В., Крылов В.И., Курочкин Б.М., Леушева Е. Л., Мавлютов М.Р., Мирзаджанзаде А.Х., Николаев Н.И., Нуцкова М.В., Овчинников В.П., Поляков В.Н., Стрижнев К.В., Табатабаи Моради С.Ш., Тянь Н.М., Усманов Р.А., Шарафутдинов З.З., Яковлев А.А. и др.» [3, 4, 39, 74]. Однако ученые не рассматривали детально вопрос разработки методики оценки способности цементного камня сопротивляться нагрузкам при повышенных температурах и ее зависимости от времени и глубины.

**Объект исследования** – цементный камень в заколонном пространстве скважины в условиях высоких температур.

**Предмет исследования** – физико-механические и фильтрационные свойства цементного камня в условиях высоких температур.

**Цель работы** – повышение качества крепления скважин в условиях высоких пластовых температур.

**Идея работы** заключается в разработке тампонажных систем, обеспечивающих надежность крепи скважины для условий высоких пластовых температур, за счет введения в их состав наноглины или углеродных нанотрубок.

**Задачи исследования:**

1. На основе анализа современных технологий крепления скважин в условиях высоких температур, а также применяемых материалов и реагентов выявить наиболее перспективные материалы, обеспечивающие высокие структурно-механические характеристики цементного камня.

2. Разработать состав тампонажного раствора для цементирования скважин в условиях высоких температур за счет включения нанодобавок, обеспечивающих

формирование цементного камня с низкой проницаемостью и высокими прочностными и адгезионными характеристиками.

3. Разработать алгоритм расчета прочности крепи скважины при воздействии сдвиговых напряжений горных пород в термобарических условиях.

4. Провести экономическую оценку предложенных разработок.

### **Научная новизна**

1. Установлен механизм формирования микроструктуры цементного камня, основанный на гидратации частиц мелкодисперсной глины или минерального волокна с включением углеродных нанотрубок жидкостью затворения, обеспечивающий плотную упаковку кристаллов.

2. Разработана математическая модель, позволяющая рассчитать устойчивость цементного камня к разрушению в зависимости от температуры и глубины скважины с учётом физико-механических свойств окружающих горных пород и изменения прочностных характеристик цементного камня во времени.

### **Соответствие паспорту специальности**

Полученные научные результаты соответствуют паспорту специальности 2.8.2. Технология бурения и освоения скважин по пунктам: «1. Механика горных пород. Глубинное строение недр. Физико-механические, фильтрационно-ёмкостные свойства горных пород. Пластовые флюиды. Напряженное состояние нарушенного массива горных пород при бурении, взаимодействие его с крепью скважины»; «8. Крепление скважин. Технология, технические средства и материалы для цементирования обсадных колонн, установки цементных мостов. Буферные жидкости. Тампонажные цементы и составы на их основе. Технологии и технические средства заканчивания скважин».

### **Теоретическая и практическая значимость работы:**

1. Разработан алгоритм исследования способности тампонажного камня выдерживать нагрузки в диапазоне температур до 300 °С, на основе которого научно обоснованы и разработаны составы тампонажных растворов.

2. Разработаны тампонажные растворы, устойчивые к высоким температурам (патенты на изобретения № 2808959, № 2810354, № 2833994, Приложение Б). [25, 26, 27].

3. Разработана математическая модель, позволяющая рассчитать прочность цементного камня в кольцевом пространстве при сдвиговых деформациях горных пород.

4. Доказана эффективность крепления высокотемпературных скважин с использованием разработанных составов. Результаты диссертационного исследования внедрены в производство в рамках инновационной деятельности компании ООО «Гранула» (акт внедрения от от 26.12.2024 г., Приложение А).

### **Методология и методы исследования**

Работа основана на результатах статистического анализа проведенных исследований по стандартным и специально разработанным методикам, а также анализа мирового и отечественного опыта. Лабораторные испытания тампонажных составов проводились в Санкт-Петербургском горном университете императрицы Екатерины II в соответствии с требованиями стандартов (рентгенофлуоресцентный метод, ASTM D 3967-08, ISO 10426-2:2003).

### **Положения, выносимые на защиту:**

1. Ввод в тампонажный состав, приготовленный на основе цемента класса G, 3 % наноглины или 0,1-0,15 % минеральной ваты, содержащей 25 % углеродных нанотрубок, позволяет повысить прочность на сжатие и растяжение в 1,2-2,6 раз, адгезию на границе «металл-цемент» – в 1,7-2,6 раз, а также снизить проницаемость цементного камня на 57-64 % при 300 °С по сравнению с базовым составом.

2. Разработанный алгоритм расчета напряжения сдвига цементного камня в зависимости от температуры и глубины скважины, с учётом физико-механических свойств окружающих горных пород, позволяет оценить целостность крепи скважины, с учётом напряженно-деформированного состояния цементного камня во времени.

**Степень достоверности результатов исследования** подтверждается

выполнением экспериментальных исследований в соответствии с международными и национальными стандартами на современном высокотехнологичном оборудовании, а также высокой степенью согласованности полученных данных. Проведение экспериментов основывалось на применении методов рационального математического планирования, что позволило обеспечить надежность анализа.

Основные результаты исследования были успешно представлены и обсуждены на всероссийских и международных научных конференциях, что свидетельствует о признании их научной ценности и практической значимости.

**Апробация диссертационной работы.** За последние 3 года принято участие в 4 научно-практических мероприятиях с докладами, в том числе на 3 международных: Всероссийская научно-практическая конференция «Ашировские чтения» (13 декабря 2022 г., г. Самара), Вузовская конференция «Полезные ископаемые России и их освоение» (28 апреля 2023 г., г. Санкт-Петербург); XIX Международный форум-конкурс студентов и молодых ученых «Актуальные проблемы недропользования» (22-27 мая 2023 г., г. Санкт-Петербург); III Международная научно-практическая конференция «Прорывные технологии в разведке, разработке и добыче углеводородного сырья» (22-24 мая 2024 г. Санкт-Петербург).

**Личный вклад автора.** На основе литературных источников, а также аналитических и экспериментальных исследований была доказана необходимость улучшения составов цементного раствора. Проведены экспериментальные исследования для определения упруго-прочностных характеристик и проницаемости цементного камня. Разработаны составы, обеспечивающие надежное крепление скважин в условиях высоких температур. Предложена методика оценки прочности адгезии цементного камня, основанная на разработанной математической модели расчета сдвигового напряжения, которому подвергается камень, и его зависимости от температуры и глубины скважины, позволяющая подтвердить эффективность разработанных цементных составов.

**Публикации.** Результаты диссертационного исследования в достаточной

степени освещены в 4 печатных работах (пункты списка литературы № 23, 24, 105, 106), в том числе в 1 статье - в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, в 3 статьях - в изданиях, входящих в международные базы данных и системы цитирования Scopus. Получены 3 свидетельства о государственной регистрации патентов на изобретения (Приложение Б).

**Структура работы.** Диссертация состоит из оглавления, введения, пяти глав с выводами по каждой из них, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы, включающего 135 наименований, и 2 приложений. Диссертация изложена на 106 страницах машинописного текста, содержит 26 рисунков и 11 таблиц.

**Благодарности.** Автор выражает глубокую благодарность и искреннюю признательность научному руководителю к.т.н., доценту Нуцковой М.В. за научное руководство работой, а также сотрудникам кафедры бурения скважин и коллективу центра компетенций в области техники и технологий освоения месторождений в Арктических условиях Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II за содействие в проведении экспериментов и оказание консультаций.

# **ГЛАВА 1 АНАЛИЗ ТЕХНИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ И МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ КРЕПЛЕНИЯ СКВАЖИН В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ПЛАСТОВЫХ ТЕМПЕРАТУР**

## **1.1 Обзор мирового и отечественного опыта крепления скважин в условиях высоких пластовых температур**

Скважины, строящиеся в условиях высоких пластовых температур, или высокотемпературные скважины представляют собой уникальные объекты с точки зрения бурения, цементирования и долговременной эксплуатации скважин. Начиная от нефтяных месторождений Ближнего Востока до геотермальных резервуаров США, эти скважины работают на передовой современных инженерных технологий. Их глубина часто превышает 3000 метров, а пластовые температуры поднимаются выше 120°C, что требует применения специфических технологий в проектировании скважин и управлении термальными нагрузками [8, 23, 60]. С ростом мирового спроса на энергоресурсы, особенно на углеводороды из сложных месторождений, высокотемпературные скважины останутся в центре внимания научных исследований и инноваций. Далее приведены примеры некоторых из самых известных высокотемпературных скважин.

### **1.Самотлорское месторождение (Россия, Западная Сибирь)**

Самотлорское месторождение расположено в Ханты-Мансийском округе (Тюменская область) и является одним из крупнейших нефтяных месторождений в России и мире. Оно было открыто в 1965 году и активно разрабатывается с тех пор. Пластовые температуры могут достигать 120-130°C, что требует применения специальных методов бурения и крепления скважин. Глубина залегания продуктивных горизонтов в Самотлоре варьируется от 2300 до 2500 метров, что создает сложные условия для эксплуатации. Месторождение также известно высоким содержанием сероводорода в пластовых флюидах, что требует дополнительных мер

по защите оборудования от коррозии и контроля за технологическими процессами [18, 106].

## 2. Приразломное месторождение (Россия, Печорское море)

Приразломное нефтяное месторождение расположено на шельфе Печорского моря, в Арктической зоне России. Это первое месторождение, разработка которого ведется на арктическом шельфе, что делает его стратегически важным для российской нефтегазовой отрасли. Месторождение было открыто в 1989 году, а первая нефть была добыта в 2013 году. Глубина скважин составляет 4000 метров, а пластовая температура может достигать 150°C. Приразломное месторождение отличается сложными условиями эксплуатации: помимо высоких температур, здесь присутствует арктический климат с крайне низкими температурами на поверхности, что создает дополнительные трудности для оборудования и инфраструктуры. Разработка месторождения требует применения технологий строительства скважин высокой сложности, таких как многоступенчатое цементирование, использование изоляционных материалов для защиты от термических напряжений и методов профилактики межпластовых перетоков в интервалах агрессивных сред, пластов с высоким давлением и температурой [5, 10].

## 3. Месторождение Румайла (Ирак)

Месторождение Румайла, расположенное на юге Ирака, является одним из крупнейших нефтяных месторождений мира. Добыча нефти здесь осуществляется с глубин до 3500 метров, а температура на этих глубинах превышает 130°C. Месторождение было открыто в 1953 году, и оно остается активным до настоящего времени. Из-за сложных условий эксплуатации месторождение представляет собой интересный объект для исследований в области высокотемпературного бурения и крепления скважин [22].

## 4. Формация Хафф (Катар)

Формация Хафф - часть Северного газового месторождения в Катаре - также является примером высокотемпературных газовых скважин. Пластовые температуры

в этом регионе могут достигать значения свыше  $170^{\circ}\text{C}$  на глубинах от 3500 до 4000 метров. Открытие формации произошло в 1970-х годах, и Северное месторождение стало важным элементом газовой промышленности Катара [80].

#### 5. Месторождение Экофиск (Норвегия, Северное море)

Месторождение Экофиск, находящееся в норвежском секторе Северного моря, является одним из старейших месторождений региона, открытым в 1969 году. Температуры в некоторых глубоких скважинах достигают  $150^{\circ}\text{C}$  на глубине до 3300 метров. Это месторождение известно как своими запасами нефти и газа, так и сложными условиями эксплуатации с высоким давлением и температурой [56].

#### 6. Месторождение Южный Парс/Северное Купол (Иран-Катар)

Южный Парс/Северное Купол – крупнейшее в мире газовое месторождение, расположенное между Ираном и Катаром. Это месторождение содержит несколько зон с высокими температурами, где температура в некоторых скважинах превышает  $180^{\circ}\text{C}$  на глубине более 3000 метров. Открытое в 1971 году, это месторождение играет важную роль в глобальной энергетической промышленности [95, 105].

#### 7. Месторождение Прадхо-Бэй (США, северный склон Аляски)

Северный склон Аляски известен своими суровыми арктическими условиями, однако в глубоко залегающих пластах, например, приуроченных к месторождению Прадхо-Бэй, зафиксированы температуры свыше  $120^{\circ}\text{C}$ . Месторождения Северного склона были открыты в 1968 году, и работы по добыче углеводородов продолжаются в настоящее время на все более глубоко залегающих и горячих пластах [121].

В диссертации изложено влияние различных нанодобавок (НД) на время загустевания цементного раствора, реологию и водоотдачу. Спуск обсадных труб и их крепление является важным этапом заканчивания скважин. Первичное цементирование – это процесс размещения цемента в кольцевом пространстве между обсадной колонной и пластами, находящимися в скважине. Межпластовая изоляция, укрепление стенок скважины, защита обсадной колонны от пластичных пластов и агрессивных пластовых жидкостей – вот задачи первичного цементирования скважин

[17, 70]. Вторичное цементирование – это другой тип, который часто используется для проведения восстановительных работ во время ремонта скважины. Устранение повреждений обсадной колонны путем задавливания цемента через негерметичные соединения или коррозионное отверстие, а также герметизация зон потери циркуляции относятся к задачам вторичного (ремонтного) цементирования. Цементные мосты иногда используются во время бурения для изоляции аварийного участка в скважине. Если в ходе аварийных работ не удалось извлечь потерянную компоновку из скважины, устанавливают цементный мост над аварийным участком и бурят боковой ствол скважины [30, 43, 54].

Установка цементных мостов перед ликвидацией скважины минимизирует риск межпластовых перетоков углеводородов и других пластовых флюидов, а также загрязнения грунтовых вод и связанных с этим угроз для здоровья населения [19]. По закону этот процесс должна выполнять компания-оператор.

«К основным факторам, обуславливающим освоение месторождений в условиях высоких пластовых температур и давлений (ВДВТ), относятся:

1. Истощение легкодоступных и ранее разрабатываемых месторождений.
2. Высокая экономическая привлекательность таких скважин, объясняемая значительными предполагаемыми запасами углеводородов при повышенных пластовых давлениях, несмотря на наличие существенных технологических трудностей» [7].

Следует отметить, что с ростом пластовых температур возрастают и риски, сопряжённые со строительством скважин. Условия ВДВТ характеризуются нарастающими техническими сложностями, которые сопровождают как этап бурения, так и последующую эксплуатацию скважины. Тем не менее, наблюдается глобальное увеличение количества скважин, заканчиваемых в условиях ВДВТ (рисунок 1.1) [9, 22].

Разработка новых видов оборудования и материалов, применяемых при строительстве и разработке пластов с ВДВТ, является идеальным решением проблем, возникающих в них и связанных с условиями этих пластов [1].

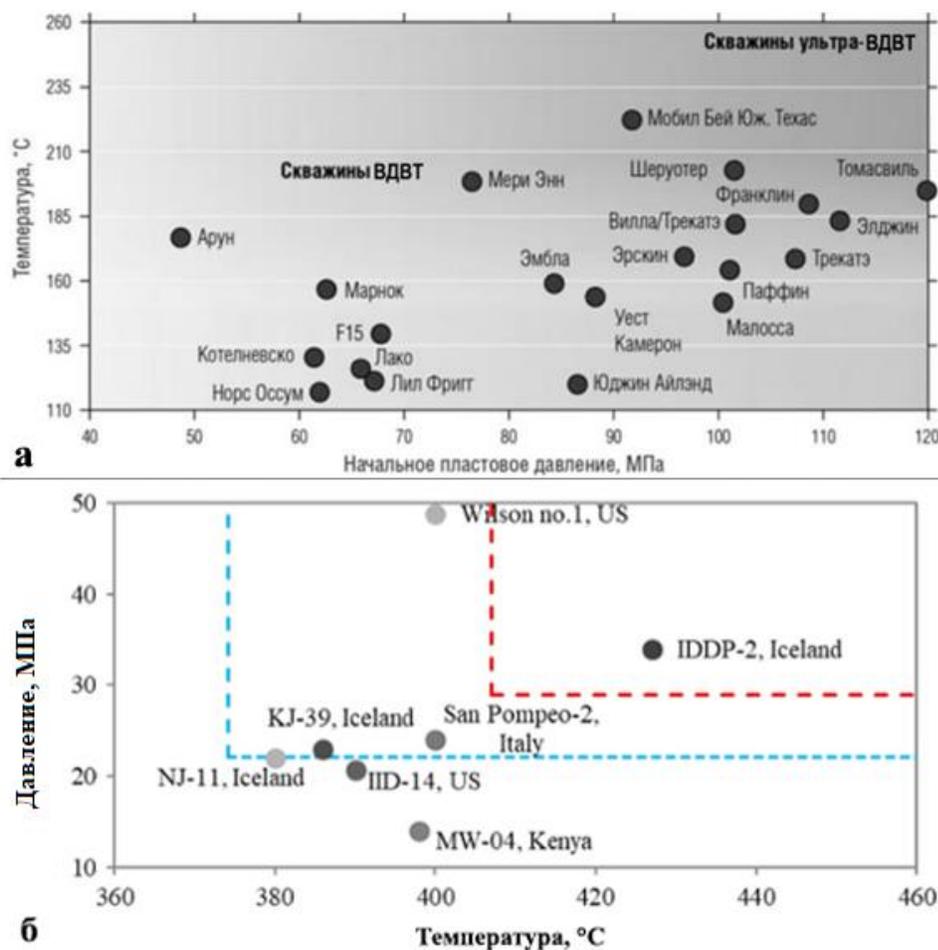


Рисунок 1.1 Скважины с условиями ВДВТ: а) нефтегазовые, б) геотермальные (составлено автором на основании данных а) Табатабаи Моради С.Ш. (2018), б) Kruszewski M. (2018))

На данный момент отсутствуют единые стандарты, официально регламентирующие параметры условий ВДВТ, несмотря на то, что в последние годы предпринимались научные усилия по формированию обобщённого определения для характеристик высокого давления и температуры. В таблице 1.1 представлены критерии условий ВДВТ, применяемые в Российской Федерации.

Таблица 1.1 – Критерии условий ВДВТ в Российской Федерации (составлено автором)

Документ	Критерии условий ВДВТ
Межгосударственный стандарт ГОСТ 1581-2019 («Портландцементы тампонажные. Технические условия»)	«Повышенные температуры от 101 до 150 °С» [35]
Межгосударственный стандарт ГОСТ 25597-83 («Цементы тампонажные. Классификация») – отменен	«Повышенные температуры от 100 до 150 °С Высокие температуры от 150 до 250 °С Сверхвысокие температуры выше 250 °С» [35]
Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила безопасности в нефтяной и газовой промышленности» (с изменениями на 31 января 2023 года)	Аномально высокое пластовое давление: $R_{пл}/R_{гст} \geq 1,3$ , где $R_{пл}$ – пластовое давление, $R_{гст}$ – гидростатическое давление

«В компании «Шлюмберже» скважины с условиями ВДВТ были разделены на три основные категории (рисунок 1.2)» [22].

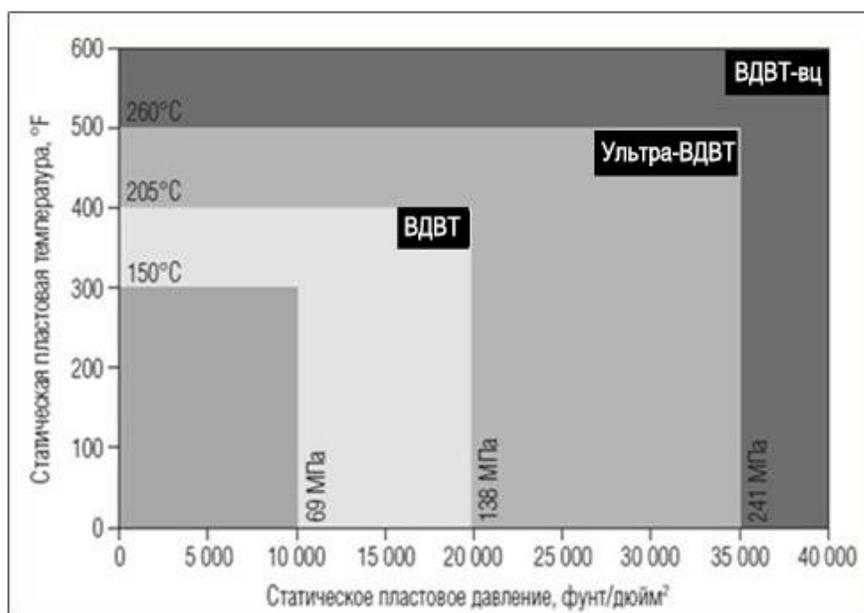


Рисунок 1.2 – «Классификация условий ВДВТ компании «Шлюмберже»» [22]

«В соответствии с этой классификацией любая скважина, температура которой выше 150 °С или давление на забое превышает 69 МПа, классифицируется как скважина, относящаяся к категории ВДВТ. Важно подчеркнуть, что достижение хотя бы одного из этих предельных значений уже является основанием для отнесения скважины к условиям ВДВТ. Температура на забое может достигать и превышать

177 °С [22], что зафиксировано в ряде скважин в Йемене, Анголе, США и на шельфе Северного моря — регионах, обладающих значительной концентрацией ВДВТ-скважин» [62, 105]. «Условия высоких температур и давлений представляют собой лишь одну из множества особенностей, сопровождающих бурение наклонно направленных скважин. При этом проблема обеспечения надёжного крепления скважины может усугубляться техническими и технологическими трудностями, вызванными неблагоприятным воздействием экстремальных температурных и давленческих условий» [13, 14].

При разработке цемента важно правильно подобрать добавки, чтобы цементный раствор схватился в нужное время после его приготовления и начала цементирования. Цементный раствор после окончания цементирования должен набрать достаточную прочность и достаточно быстро схватиться, чтобы время ожидания затвердевания было максимально коротким. Длительное время ожидания схватывания цементного раствора означает более высокую общую стоимость строительства скважины, особенно в морском бурении, где суточные ставки буровых установок намного выше [2]. В то же время, цементный раствор не должен схватываться слишком быстро, чтобы избежать схватывания до начала его закачки или процессе цементирования. Другим важным моментом при проектировании цементирования является выбор правильной плотности; «цементный раствор должен быть достаточно тяжелым, чтобы выдержать пластовое давление, но не должен быть слишком тяжелым, чтобы не допустить вероятность поглощений или гидроразрыва пласта. Кроме того, возможное смешивание цементного раствора в скважине с буровым раствором и/или пластовыми жидкостями может повлиять на конечное качество цемента» [16, 90, 126].

Важность проектирования тампонажного раствора для крепления скважин требует выбора правильных добавок в оптимальных концентрациях для получения качественного цементного кольца для конкретных геолого-технических условий. Для этого существует возможность выбора в широком спектре добавок, включая, помимо прочего, ускорители, замедлители, материалы для контроля водоотдачи, расширители

и утяжелители [36, 58]. В данном исследовании изучалось добавление нескольких типов НД в цементный раствор.

Некачественное цементирование скважин приводит к эксплуатационно-техническим осложнениям, в том числе протечкам воды из смежных пластов в скважину, а также к неконтролируемым утечкам нефти и газа в направлении низконапорных или грифоновых пластов, что влечёт за собой риски загрязнения недр и окружающей среды [31–33, 85].

В связи с этим применение тампонажных растворов с повышенными эксплуатационными характеристиками при цементировании наклонно-направленных скважин становится технически обоснованной и экологически необходимой мерой. Седиментационная стабильность дисперсной системы оценивается на основе разницы в плотностях между твердофазным компонентом и жидкой дисперсионной средой [61]. «Скорость осаждения частиц твёрдой фазы может быть определена с применением уравнения Стокса (1.1):

$$v = \frac{2gr^2(\rho_c - \rho_\phi)}{9\mu} \quad (1.1)$$

где  $g$  — ускорение свободного падения, м/с<sup>2</sup>;

$r$  — радиус частиц твёрдой фазы, м;

$\rho_c$  — плотность дисперсионной среды, кг/м<sup>3</sup>;

$\rho_\phi$  — плотность дисперсной фазы, кг/м<sup>3</sup>;

$\mu$  — динамическая вязкость дисперсионной системы, кг/м·с.

Анализ уравнения 1.1 показывает, что скорость седиментации твёрдой фазы прямо пропорциональна разности плотностей между фазами и квадрату радиуса частиц твёрдой фазы, при этом обратно пропорциональна вязкости дисперсионной среды» [28]. Из этого следует, что именно размер частиц оказывает наиболее значительное влияние на скорость осаждения по сравнению с другими параметрами.

В исследовании, представленном в работе [37], «были проанализированы ключевые характеристики тампонажного раствора, разработанного для

цементирования наклонных и горизонтальных участков ствола скважины. Состав ПЦТ Д20 включал цементное вяжущее, полые стеклянные микросферы, сульфасил и суперпластификатор С-3. В качестве жидкости затворения использовался раствор хлорида натрия с плотностью  $1070 \text{ кг/м}^3$ . Полученная рецептура отличалась пониженной водоотдачей и сниженной плотностью, что делает её особенно эффективной для эксплуатации в условиях аномально-низкого пластового давления (АНПД)» [37].

«В работе [38] подробно исследуется проблема обеспечения надёжного крепления стенок горизонтальных и наклонно направленных скважин. Авторы подчёркивают, что при цементировании горизонтальных участков применяются тампонажные растворы с высокой седиментационной устойчивостью, что позволяет предотвратить осаждение твёрдой фазы на нижней стенке скважинного ствола и исключить формирование водяных каналов в верхней его части.

Указанные тампонажные составы разрабатываются с использованием полимерных реагентов, таких как Сульфацилл С, Rhodopol 23p, Tylose ЕНМ, а также добавки Крепъ-1, применяемой в модифицированных формулах на основе Сульфацилл С.

К числу существенных недостатков реагентов Rhodopol 23p и Tylose ЕНМ можно отнести их ограниченную доступность на рынке и значительную стоимость. Помимо этого, растворы на основе Rhodopol 23p характеризуются повышенной водоотдачей, достигающей  $425 \text{ см}^3$  за 30 минут при водоцементном отношении В/Ц = 0,5» [38].

Для повышения растекаемости цементного раствора в исследовании [20] «предлагается использование пластифицирующих добавок, относящихся к классу поверхностно-активных веществ, в частности высокомолекулярного полимера поливинилпирролидона (ПВП). Установлено, что ПВП, обладая ингибирующими свойствами в отношении процесса гидратации цемента, приводит к увеличению времени начала схватывания на 6 часов и завершения схватывания на 8 часов. Это

позволяет обеспечить возможность транспортировки цементного раствора на значительные глубины, а также сохранять его реологические и физико-химические характеристики при возможных технологических перерывах в ходе цементирования скважин» [20].

«В исследовании, проведённом [33], был осуществлён сравнительный анализ прочностных показателей двух рецептур цементного раствора, как в условиях нормального давления и температуры, так и при высоких давлениях и температурах (ВДВТ)» [33]. Авторы пришли к выводу, что цементные составы с повышенной плотностью упаковки частиц демонстрируют более высокие значения прочности, что делает их предпочтительными для эксплуатации в сложных геотехнических условиях.

Интеграция кварца в состав тампонажного материала создаёт условия, благоприятствующие фазовому превращению тоберморита в ксонотлит. Тоберморит представляет собой минерал с комплексной кристаллической структурой, формирующийся в цементном камне, который при воздействии высоких температур становится менее прочным за счёт образования пористой и механически нестабильной структуры. В противоположность этому, ксонотлит является термодинамически устойчивым кристаллогидратом, не подверженным дальнейшим фазовым изменениям при термическом воздействии.

«Добавление кварца в состав тампонажного раствора способствует улучшению прочностных характеристик цементного камня в условиях высоких температур и давления, что особенно важно при эксплуатации скважин в экстремальных термобарических условиях» [6, 51].

«Хотя в исследованиях [21, 29, 46, 57] недостаточно рассмотрено влияние повышенных температур на свойства цементного раствора и затвердевшего камня, предложенные в них составы успешно применяются при цементировании наклонно-направленных и горизонтальных скважин» [21, 29, 46, 57].

## 1.2 Состав и свойства портландцемента и применяемых нанодобавок

Портландцемент – наиболее распространенный вид цемента в современном строительстве. В 2010 году мировое производство гидравлического цемента составило 3,3 миллиарда тонн. Китай производит 1800 миллионов тонн, Индия производит 220 миллионов тонн, а США производят 63,5 миллиона тонн цемента, что составляет более половины всего мирового производства цемента (данные из отчета по минеральной программе по цементу геологической службы США, 2011 г.)

Портландцемент состоит из различных оксидов. Состав портландцемента играет важную роль в его свойствах: оксид кальция составляет 60-67 %, оксид кремния – 17-25 %, оксид алюминия – 3-8 %, оксид железа – 0,5-6,0 %, оксид серы – 1-3 %, оксид магния – 0,4-1,3 %. Расчетное количество соединений в цементе сильно варьируется даже при относительно небольшом изменении оксидного состава сырья. Для производства цемента заданного состава становится абсолютно необходимым тщательно контролировать оксидный состав сырья [24, 40].

Цементы для нефтяных скважин - цементы более грубого помола с добавлением специальных замедлителей схватывания, таких как крахмалы, сахара или органические гидроксильные кислоты. Эти цементы в основном используются для цементирования стальных обсадных труб газовых и нефтяных скважин. Цементный раствор необходимо закачать на место до того, как он затвердеет [99].

Таблица 1.2 - Состав портландцемента [98]

Соединение оксида в составе портландцемента	% содержание в портландцементе
CaO	64,1 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,5 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,0 %
SiO <sub>2</sub>	22,0 %
MgO	1,4 %
SO <sub>3</sub>	2,1 %

### 1.2.1 Классификация цементов

Портландцемент делится на 5 видов. Тип цемента выбирается в зависимости от его свойств и области применения [102, 104].

1. Портландцемент типа I, также называемый цементом общего назначения. Он имеет следующий химический состав: трехкальциевый силикат (алит)  $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$  (сокращенно C3S) – 55 %, двухкальциевый силикат (белит)  $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$  (сокращенно C2S) – 19 %, трехкальциевый алюминат  $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$  (сокращенно C3A) – 10 %, четырехкальциевый алюмоферрит (целит)  $4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$  (сокращенно C4AF) – 7 %, MgO – 2,8 %,  $\text{SO}_3$  – 2,9 %, потерь при прокаливании – 1,0 % и свободный CaO – 1,0 %. Это самый распространенный тип цемента. Это подходит для цемента без контакта с почвой и водой.

2. Портландцемент типа II: этот тип цемента известен тем, что выделяет меньше тепла при гидратации. Композитный состав цементов типа II обычно следующий: 51 % – C3S, 24 % – C2S, 6 % – C3A, 11 % – C4AF, 2,9 % – MgO, 2,5 %  $\text{SO}_3$ , 0,8 % потерь при прокаливании и 1,0 % свободного CaO. В отличие от типа I, этот цемент используется для конструкций под водой и грунтами, а также для цементов, которые будут подвергаться сульфатному воздействию.

3. Портландцемент типа III: известно, что этот цемент обладает высокой начальной прочностью. Состав его обычно следующий: 57 % - C3S, 19 % - C2S, 10 % - C3A, 7 % - C4AF, 3,0 % - MgO, 3,1 % -  $\text{SO}_3$ , 0,9 % потерь при прокаливании и 1,3 % свободного CaO. Этот цемент мельче, чем цемент типа I. Использование этого типа цемента дает 7-дневную прочность через 3 дня и 28-дневную прочность через 7 дней. Эти цементы обычно используются для аварийного строительства.

4. Портландцемент типа IV: 28 % - C3S, 49 % - C2S, 4 % - C3A, 12 % - C4AF, 1,8 % - MgO, 1,9 % -  $\text{SO}_3$ , 0,9 % - потери при прокаливании и 0,8 % свободного CaO. Прочность в этих цементах развивается медленно в результате медленного выделения теплоты гидратации. Обычно этот цемент предпочтительнее для больших конструкций, таких как плотины.

5. Портландцемент типа V: 38 % - C3S, 43 % - C2S, 4 % - C3A, 9 % - C4AF, 1,9 % - MgO, 1,8 % - SO<sub>3</sub>, 0,9 % потерь при прокаливании и 0,8 % свободного CaO. Этот цемент используется для цементов, подвергаемым сильному воздействию сульфатов. Он не очень широко доступен.

6. Типы Ia, IIa и IIIa: воздухововлекающий агент добавляется к типам I, II и III в соответствии со спецификацией руководства ASTM C150, они обозначаются как Ia, IIa и IIIa.

7. Типы II (MH) и IIa (MH) а имеют такой же состав, как и типы II и IIa, но для умеренных температур (50-100 °C).

### **1.2.2 Применение нанотехнологий**

Нанотехнология является растущей областью исследований, и ее применение наблюдается во многих областях науки и техники. Цементирование скважин также является одной из основных областей, где нанотехнологии используются для смягчения недостатков тампонажных растворов за счет повышения прочности и долговечности цементирующей смеси [101].

Цемент состоит из аморфной фазы пасты, фазы заполнителя, межфазной переходной зоны и связанной воды, гидрата силиката кальция (гель C-S-H) представляет собой аморфную фазу и отвечает за удержание заполнителей вместе. Гель C-S-H представляет собой наноматериал. Молекулярную структуру, длину связей, прочность и плотность химических связей, образующихся при гидратации, можно изучить с помощью нанотехнологий [76, 115, 118, 120]. На рисунке 1.3 показано сравнение различных конструкционных материалов в зависимости от их размера.

Нанотехнологии также дали возможность получить более глубокое представление о цементе. Это стало возможным благодаря достижениям в области нанотехнологий в области приборов для наблюдения и измерения в наномасштабе [34].

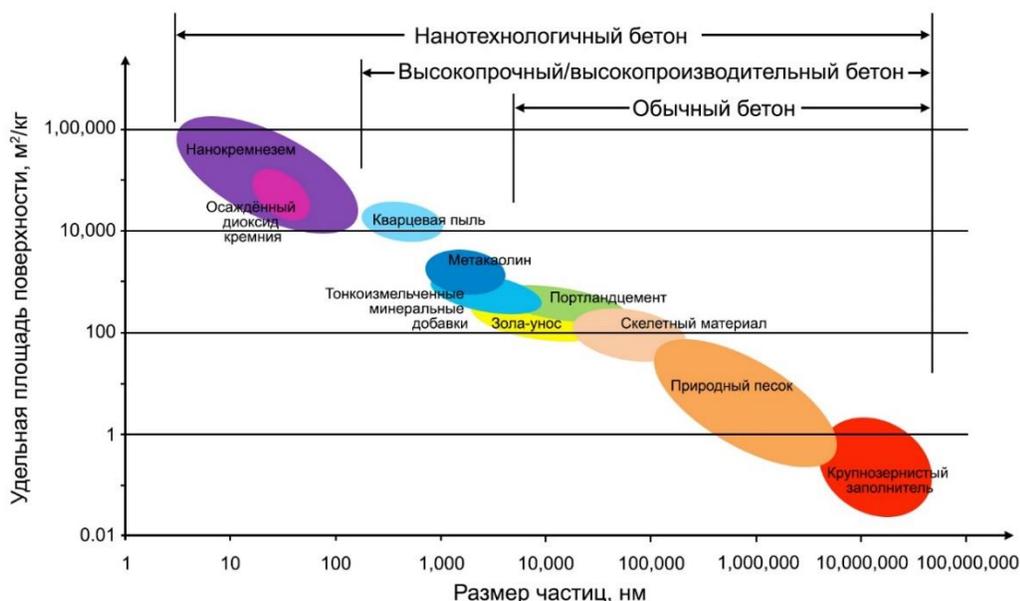


Рисунок 1.3 – Сравнение различных строительных материалов по размеру [22]

Механизмы конкретного развития проявляются в нескольких масштабах длины, варьирующихся от нано до макро, каждый из которых зависит от предшествующего ему меньшего масштаба [41, 42]. Перечисляются и кратко обсуждаются различные способы применения нанотехнологий для улучшения свойства цемента:

Известно, что добавки, такие как микрокремнезем и летучая зола, улучшают свойства цемента. Когда нанотехнологии используются для производства частиц нанокремнезема и наночастиц летучей золы, и эти частицы наноразмера используются в качестве добавки к бетону. Свойства дополнительно улучшаются, поскольку, используя наноматериалы, увеличивается площадь поверхности добавляемых добавок и, таким образом, улучшается их воздействие на бетон [134, 135].

### 1. Углеродные нанотрубки

Углеродные нанотрубки — одна из перспективных разработок, сделанных с помощью нанотехнологий. Углеродные нанотрубки представляют собой длинные волокнообразные структуры с одной или несколькими стенками, как показано на рисунке 1.4. Углеродные нанотрубки представляют собой гибкие трубки молекулярного масштаба, доказано, что они демонстрируют исключительные свойства. Эти нанотрубки можно использовать в бетоне для улучшения таких свойств

бетона, как прочность. Эти волокна жесткие и прочные [82]. Пример одностенных и двустенных углеродных нанотрубок показан на рисунке 1.4.

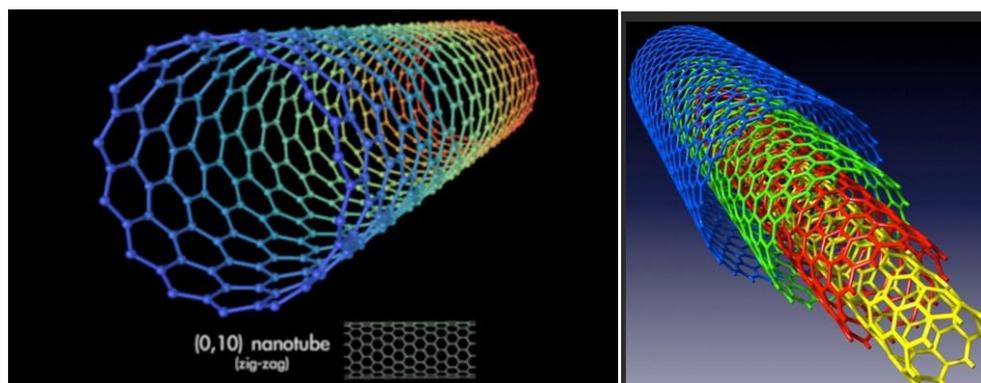


Рисунок 1.4 – Углеродные нанотрубки с одинарными и двойными стенками [82]

## 2. Диоксид кремния

Диоксид кремния, также известный как «оксид кремния (IV)», «кремнезем» или «силика» представляет собой химическое соединение с химической формулой  $\text{SiO}_2$ .  $\text{SiO}_2$  образован прочными направленными ковалентными связями и имеет хорошо выраженную локальную структуру. Когда молекула  $\text{SiO}_2$  реагирует с другой молекулой диоксида кремния, атомы кислорода располагаются в углах тетраэдра вокруг центрального атома кремния. Такое расположение показано на рисунке 1.5. [92, 114]. Молекулярная структура и расположение молекул  $\text{SiO}_2$  показаны на рисунке 1.6.

Наночастицы кремнезема или наноточки имеют большую площадь поверхности. Частицы нанокремнезема обычно имеют диаметр от 5 до 100 нм с удельной площадью поверхности от 25 до 50  $\text{м}^2/\text{г}$  [35, 43].

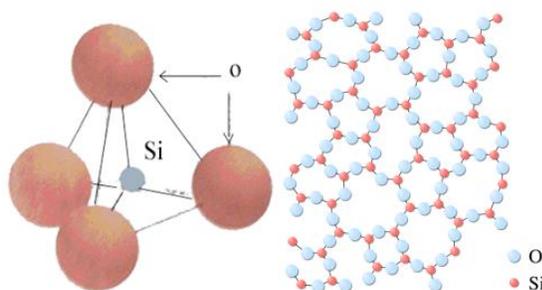


Рисунок 1.5 – Двухмерное изображение, показывающее структуру  $\text{SiO}_2$  [114]

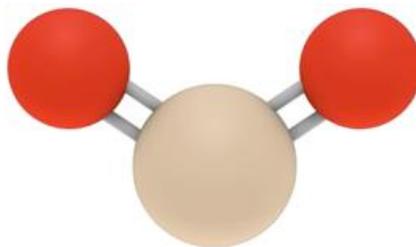


Рисунок 1.6 – Молекулярная структура SiO<sub>2</sub> [114]

### 3. Нанопорошок диоксида кремния (SiO<sub>2</sub>)

Нанокремнезем доступен на рынке в виде наночастиц, которые в зависимости от их чистоты классифицируются как сверхчистые и высокочистые. Эти материалы также бывают покрытыми и в дисперсной форме. Известно, что группа по производству нанокремнезема, называемая группой по производству наножидкостей АЕ, производит нанокремнезем в виде наножидкости. Наножидкости, как правило, характеризуются как системы, состоящие из наночастиц, диспергированных в жидкой среде с применением поверхностно-активных веществ или технологий, обеспечивающих управление поверхностным зарядом частиц [107, 116, 89].

## 1.3 Выводы по Главе 1

Исходя из представленных материалов, можно сделать следующие выводы:

1. По мере перехода от традиционных к разработке трудноизвлекаемых запасов значительная часть буровых работ осуществляется в условиях сложных горно-геологических систем, при этом наиболее значительными сложностями характеризуются высокотемпературные режимы.

2. На данный момент остаётся нерешённой проблема недостаточного качества цементирования скважин при воздействии повышенных температур, что подчёркивает необходимость разработки специализированных тампонажных растворов, способных эффективно функционировать в таких экстремальных условиях.

3. Основными приоритетами при создании тампонажных составов для цементирования скважин в условиях высоких температур являются обеспечение

структурной прочности цементного камня, достигаемой за счёт низкой проницаемости, а также обеспечение высоких механических и адгезионных характеристик материала.

Для достижения цели повышения качества крепления скважин в условиях высоких температур необходимо выполнить следующие задачи:

1. Провести комплексный анализ современных технологий крепления скважин при высокотемпературных режимах, а также изучить применяемые материалы и реагенты с целью выявления наиболее перспективных компонентов, способных обеспечить высокие структурно-механические характеристики цементного камня.

2. Разработать составы тампонажных систем, применимых для цементирования скважин в условиях высоких температур, с добавлением наноматериалов, способствующих формированию цементного камня с низкой проницаемостью, а также высокой прочностью и адгезией.

3. Разработать алгоритм расчета напряжения сдвига тампонажного камня в зависимости от температуры и глубины скважины с учётом прочностных свойств окружающих горных пород и изменения прочностных характеристик цементного камня во времени.

4. Провести экономическую оценку предложенных разработок.

## ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДОЛОГИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ТАМПОНАЖНЫХ СОСТАВОВ

### 2.1 Материалы

Материалы, используемые в данном исследовании, включают:

1. Саудовский цемент Класс G, соответствующий спецификации АНИ (Американский институт нефти) 10А, производства Jiahua Enterprises Corp., Сычуань, Китай;
2. Пластификатор (С-3) – 0,40-0,41 мас. %, произведенный в соответствии с ТУ 5870-005-58042865-05;
3. Углеродные нанотрубки CAS № 308068-56-6, поставляемые ОСЧ, Москва;
4. Минеральная вата ЦБ-00018988 от ТИСМА, Россия, плотностью 10 кг/м<sup>3</sup> и коэффициентом теплопроводности 0,043 Вт/м<sup>°С</sup>;
5. Наноглина, произведенная в соответствии с ГОСТ Р 59456-2021;
6. Кварцевая мука, произведенная в соответствии с ГОСТ 9077-82;
7. Деионизированная вода.

Цемент класса G широко используется в нефтегазовой промышленности для первичного и вторичного цементирования скважин. При первичном цементировании он применяется для создания прочной связи между обсадной колонной и окружающей породой, обеспечивая структурную поддержку и изоляцию зон. Это предотвращает миграцию флюидов между различными геологическими формациями, что является важным для поддержания целостности скважины. Вторичные цементировочные операции, такие как ремонтные работы и тампонаж, также полагаются на цемент класса G благодаря его прочности и адаптируемости к различным условиям скважины [45].

Цемент класса G является важным материалом в нефтегазовой промышленности, особенно в регионах, таких как Саудовская Аравия, где

распространено бурение глубоких скважин. Процесс его производства обеспечивает соответствие строгим требованиям, предъявляемым к цементированию скважин, включая устойчивость к воздействию сульфатов, высокую прочность на сжатие и способность выдерживать экстремальные температуры и давления. Специализированные свойства цемента класса G делают его незаменимым компонентом для обеспечения долгосрочной стабильности и безопасности нефтегазовых скважин.

Процесс производства цемента класса G следует общей технологии производства портландцемента, но включает специфические модификации для удовлетворения требований к его применению в скважинах нефтегазовой промышленности. Сырьевые материалы, используемые в этом процессе, включают известняк, сланец, глину и железную руду, которые тщательно дозируются, измельчаются и подаются в вращающуюся печь. В печи материалы нагреваются до высокой температуры, обычно около  $1450^{\circ}\text{C}$ , что приводит к образованию клинкера. Клинкер затем измельчается с небольшим количеством гипса для регулирования времени схватывания цемента.

Критической особенностью цемента класса G является его химический состав. «В отличие от других цементов, цемент класса G изготавливается с узким диапазоном химических компонентов, в частности с низким содержанием трёхкальциевого алюмината ( $\text{C}_3\text{A}$ ), что обеспечивает его устойчивость к агрессивным условиям скважины» [47]. Стандартная спецификация требует, чтобы содержание  $\text{C}_3\text{A}$  в цементе класса G не превышало 4 %, что увеличивает его устойчивость к воздействию сульфатов и делает его пригодным для использования в средах, богатых сульфатами, что часто встречается в глубоких скважинах. Кроме того, цемент содержит низкие концентрации других реакционноспособных соединений, что обеспечивает его стабильную работу при высоких температурах и давлениях [52].

Цемент класса G характеризуется умеренной устойчивостью к воздействию сульфатов, что связано с его пониженным содержанием трёхкальциевого алюмината

(СзА). Данное свойство имеет принципиальное значение при эксплуатации в интервалах скважин, пересекающих пласты с присутствием сульфатсодержащих вод, поскольку предотвращает развитие сульфатной коррозии, способной нарушить герметичность цементного кольца [105].

Помимо этого, цемент данного класса специально разработан с учётом необходимости сохранения своей структурной стабильности при воздействии высоких температур и давлений, что обеспечивает эффективную изоляцию продуктивных и водоносных зон, а также долгосрочную эксплуатационную надёжность скважины [53].

Спецификация АНИ требует, чтобы цемент класса G достигал минимальной прочности на сжатие в 3000 psi через 24 часа при стандартных условиях. На практике цемент может развивать ещё более высокую прочность со временем, что способствует долгосрочной стабильности скважины [48].

Благодаря своей универсальности и способности работать в широком диапазоне температур и давлений, цемент класса G часто модифицируется с добавками для соответствия специфическим условиям скважины. Обычные добавки включают ускорители, замедлители и средства для снижения потери жидкости, которые позволяют операторам адаптировать свойства цемента для решения уникальных задач каждой скважины [91].

Цементы класса G с плотностью 3,15 г/см<sup>3</sup>, химический и физический состав представлены на рисунке 2.1. Химический состав был оценён с использованием метода рентгенофлуоресцентного анализа, а физический состав — методом рентгенодифракционного анализа.

На рисунке 2.2 показаны результаты гранулометрического анализа цемента класса G Саудовской Аравии, использованного в данном исследовании, с распределением частиц по размерам. Более 50 % исследуемых частиц цемента имеют размер менее 21,27 микрон, и около 90 % частиц цемента — размер менее 47,18 микрон.

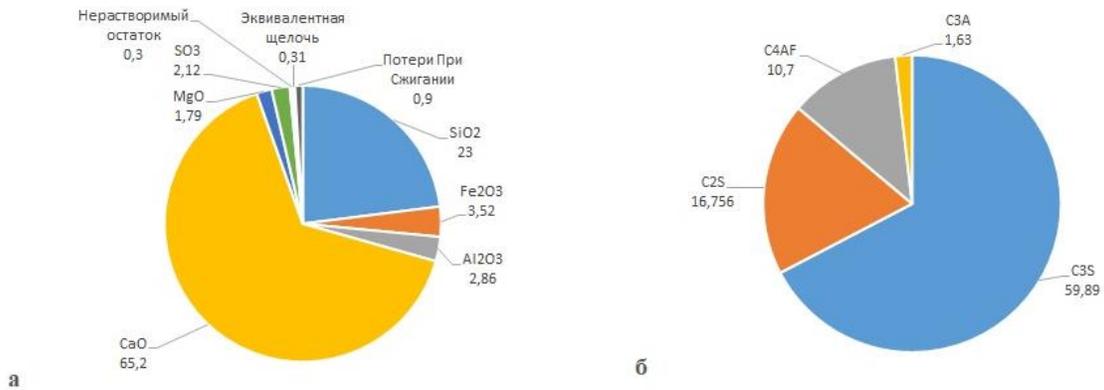


Рисунок 2.1 – Состав используемого тампонажного цемента класса G:

а) химический; б) физический (составлено автором)

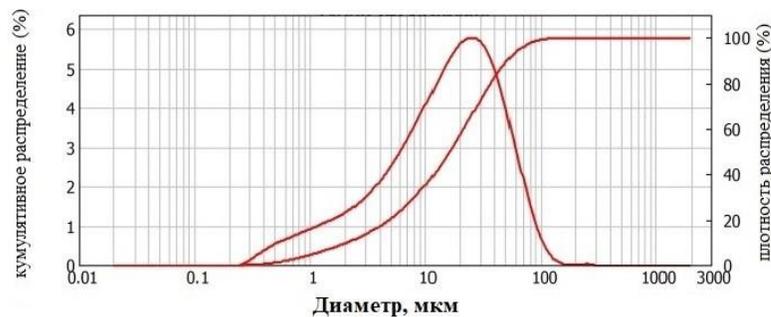


Рисунок 2.2 – Гранулометрический анализ цемента по размерам (составлено автором)

Пластификатор С-3 представляет собой специальный понизитель трения – смесь различной молекулярной массы натриевых солей полиметиленафталинсульфокислот, изготовленный в виде водного раствора темно-коричневого цвета, имеющего концентрацию не менее 32 %. Обладает отличными пластифицирующими свойствами и эффективным водоредуцирующим действием. Данное средство применяется для получения бетонных смесей с повышенной подвижностью без ущерба для прочностных характеристик, а также с целью повышения прочности, водонепроницаемости и других эксплуатационных свойств бетона. Это достигается за счёт эффекта водоредуцирования и комплексного действия, обусловленного частичным сочетанием свойств, обеспечивающих улучшение основных параметров бетонной смеси.

Углеродные нанотрубки CAS № 308068-56-6 обладают несколькими преимуществами как материалы для армирования цемента по сравнению с более

традиционными волокнами. Во-первых, они обладают значительно большей прочностью, чем конвенциональные волокна, что должно улучшить общее механическое поведение. Во-вторых, они обладают более высокими соотношениями сторон, требующими значительно больших энергий для распространения трещин, чем в случае волокон с более низким соотношением сторон. В-третьих, углеродные нанотрубки обладают меньшими диаметрами, что означает, что при условии равномерного распределения их, они могут быть широко распределены в цементной матрице с уменьшенным расстоянием между волокнами [86, 94]. Следует отметить, что используемые в составе нанотрубки имеют диаметр в диапазоне от 5 до 15 нанометров, а длина составляет от 10 до 20 нанометров. Для достижения хорошего усиления композита критически важно иметь равномерное распределение углеродных нанотрубок в матрице [105, 122].

Минеральная вата, получаемая из тщательно контролируемой смеси сырья, в основном включающей камень или кремнезем, плотность которого составляет 10 (кг/м<sup>3</sup>) и коэффициент теплопроводности 0,043 (Вт/м<sup>°C</sup>). Эти материалы нагревают до высокой температуры до расплавления, а затем прядут и формируют гибкий волокнистый мат для дальнейшей переработки в конечные продукты. Волокно минеральной ваты обладает хорошими механическими свойствами, такими как высокая прочность на разрыв, эластичность и стойкость к истиранию. Минеральная вата также обладает хорошей тепло- и звукоизоляцией, огнестойкостью и биоразлагаемостью. Поэтому добавление минеральной ваты в цементную смесь считается методом улучшения свойств цемента из-за его большой площади поверхности и пористости [65, 68, 106].

Частицы наноглины, использованные в этом исследовании, представляют собой частицы монтмориллонита, модифицированные реакцией катионного обмена для перевода их в более гидрофобное состояние, подобно методике, описанной Рахманом М.К. и др. [111], плотность частиц наноглины – 1,98 г/см<sup>3</sup>. На рисунке 2.3 показаны результаты гранулометрического анализа модифицированных частиц

монтмориллонита наноглины, использованных в этом исследовании. Более 50 % частиц наноглины имеют размер менее 9,69 мкм, а около 90 % частиц наноглины имеют размер менее 21,46 мкм.

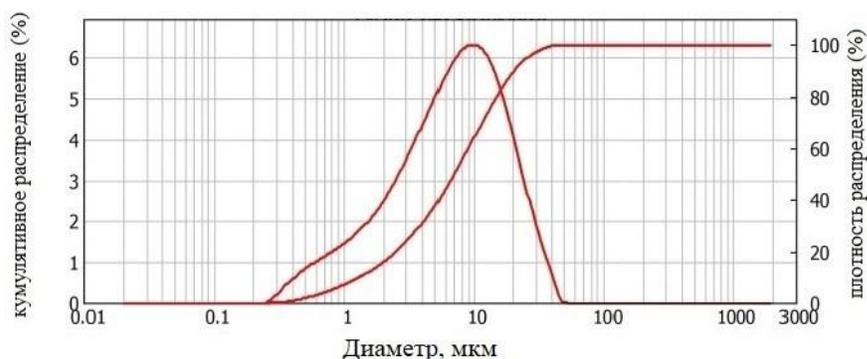


Рисунок 2.3 – Градулометрический анализ наноглины по размерам  
(составлено автором)

Кварцевая мука представляет собой материал, состоящий более чем на 99 % из  $\text{SiO}_2$  и имеет плотность  $2,64 \text{ г/см}^3$ . Данная мука производится помолом жильного химически чистого кварца. Степень помола кварцевой муки аналогична тонкости помола тампонажных портландцементов для повышенных и умеренных температур, проход через сито с сеткой диаметром 0,08 мм – не менее 90 %.

Введение кварцевой муки в состав цементного раствора способствует эффективному замедлению процессов схватывания, обеспечивает его однородность и устойчивость, а также значительно повышает прочностные характеристики цементного камня в условиях воздействия высоких температур [123].

Применение термостойких цементов позволяет осуществлять тампонажные работы в глубоких скважинах, где наблюдаются повышенные забойные температуры в диапазоне от  $110 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ , а также при умеренных температурах (до  $75 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Это обеспечивает надёжное и качественное крепление обсадных колонн по всей длине интервала размещения цементного раствора [50, 59].

Используя метод Шаабани и др. [119], волокна минеральной ваты подвергаются обработке для получения минеральной ваты, пропитанной углеродными нанотрубками, следующим образом:

Минеральная вата очищается раствором NaOH с концентрацией 0,01 М, промывается дистиллированной водой и метанолом, затем сушится при температуре 60°C. После этого вата разрезается на очень мелкие фрагменты (в диапазоне от 20 до 500 мкм, как показано на изображениях СЭМ, рисунок 2.4).

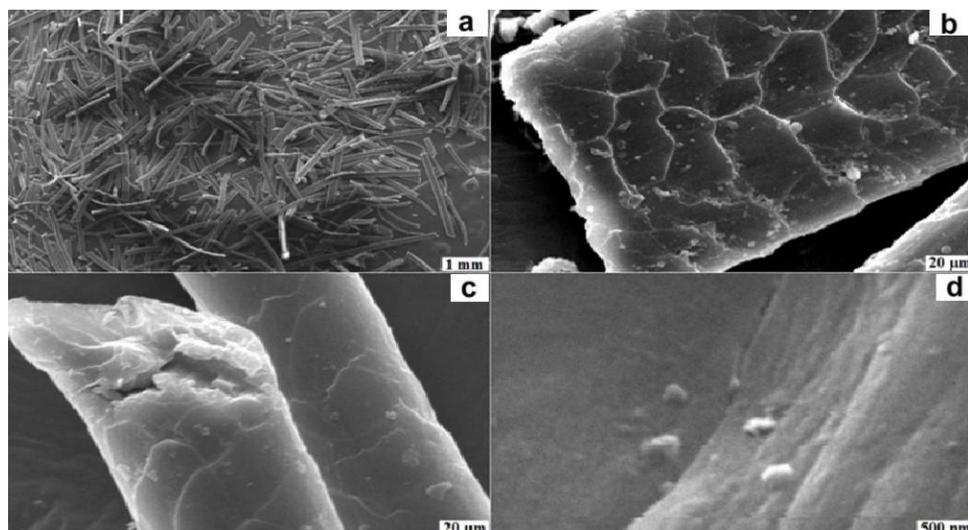


Рисунок 2.4 – СЭМ-изображения минеральной ваты (a, b) и минеральной ваты с углеродными нанотрубками (c, d) (составлено автором)

Магнитноперемешиваемая суспензия, содержащая фрагменты минеральной ваты массой 1,00 г, диспергируется в 200 мл деионизированной воды и постепенно вводится в раствор углеродных нанотрубок с концентрацией 0,025 М (130 мл). Смешивание проводится в течение 12 часов при температуре окружающей среды, после чего процесс перемешивания продолжается дополнительно 12 часов при тех же условиях.

По завершении перемешивания смесь подвергается фильтрации, а полученный осадок сушится в вакууме при температуре 60 °С на протяжении 12 часов. В результате получают волокнистый материал на основе минеральной ваты, насыщенный углеродными нанотрубками при массовой концентрации 25 %, обозначаемый как МВПУН.

## 2.2 Подготовка образцов и отверждение

Цементные растворы с плотностью около  $1,97 \text{ г/см}^3$  были приготовлены и испытаны в соответствии с рекомендациями стандарта ISO 10426-2:2003, API (RP 10B-2) [48, 72] следующим образом. Получение диспергированной смеси путем смешивания воды и пластификатора С-3 в ультразвуковой ванне. Затем диспергированную смесь воды и пластификатора С-3 смешивают с цементом в соотношении вода:С-3:цемент 44:0,8:100 в следующем порядке: диспергированная смесь воды и пластификатора С-3 добавляется в цемент или цемент добавляется в смесь. Суспензия выдерживается в течение 30 секунд для поглощения воды. Затем проводят перемешивание на низкой скорости от 135 до 145 об/мин в течение 30 секунд, после чего перемешивание прекращают и любое тесто, которое могло собраться на стенках чаши в партии, соскребают в течение 15 секунд. Затем перемешивание продолжают в течение 60 секунд при средней скорости от 275 до 295 об/мин. Следует отметить, что для приготовления исследуемых образцов использовался смеситель Fann модели «686CS», который представлен на рисунке 2.5.



Рисунок 2.5 – Смеситель Fann модели «686CS» (фото автора)

Базовый состав цементного раствора включал 500 граммов цемента, 0,8 % пластификатора (С-3) по массе цемента и 44 % воды по массе цемента. Модифицированные образцы были подготовлены путем добавления в цемент

минеральной ваты, пропитанной углеродными нанотрубками (МВПУН), в различных соотношениях — 0,05 %, 0,1 %, 0,15 %, 0,2 % и 0,25 % по массе цемента, что привело к созданию пяти различных тестовых образцов. Эти образцы были обозначены как Ах, где «А» обозначает образец, а «х» указывает процентное содержание МВПУН. Таким образом, А0 представлял базовый состав, а А5, А10, А15, А20 и А25 обозначали цементные растворы с содержанием МВПУН 0,05 %, 0,1 %, 0,15 %, 0,2 % и 0,25 % соответственно.

Кроме того, был подготовлен ещё один набор из пяти модифицированных образцов цементного раствора с добавлением кремнеземной муки в количестве 35% по массе цемента и различным содержанием наноглины — от 0% до 4% по массе цемента (0 %, 1 %, 2 %, 3 % и 4 %), которых был зашифрован следующим образом: КхГу, где К – кварцевая мука, х – содержание (%) кварцевой муки, Г – наноглина, у – содержание (%) частиц наноглины. как показано в таблице 2.1 [105, 106].

Таблица 2.1 – Образцы, использованные в исследовании, и их материальное содержание (составлено автором)

Названия образцов	Сухая смесь							Жидкая смесь			
	Цемент	MWICN		Наноглина		Кварцевая мука		Деионизированная вода		Пластификатор (С-3)	
	г	г	% (от цемента)	г	% (от цемента)	г	% (от цемента)	г	% (от сухой смеси)	г	% (от цемента)
<b>К0Г0 / А0</b>	<b>500</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>220</b>	<b>44</b>	<b>4</b>	<b>0,8</b>
К35Г0	500	-	-	0	0	175	35	297	44	4	0,8
К35Г1	500	-	-	5	1	175	35	299	44	4	0,8
К35Г2	500	-	-	10	2	175	35	301	44	4	0,8
К35Г3	500	-	-	15	3	175	35	304	44	4	0,8
К35Г4	500	-	-	20	4	175	35	306	44	4	0,8
А5	500	2,5	0,5	-	-	-	-	221	44	4	0,8
А10	500	5	1	-	-	-	-	222	44	4	0,8
А15	500	7,5	1,5	-	-	-	-	223	44	4	0,8
А20	500	10	2	-	-	-	-	224	44	4	0,8
А25	500	12,5	2,5	-	-	-	-	225	44	4	0,8

## 2.3 Методы

Образцы цемента были подготовлены и оценены в этом исследовании и только в рамках методологической основы, показанной на рисунке 2.6.



Рисунок 2.6 – Блок-схема, обобщающая методологию исследования  
(составлено автором)

После создания цементных суспензий их распределяли в кубические формы с размером ребра 40 мм для испытаний на сжатие, а также в цилиндрические формы диаметром 38,1 мм и длиной 22,9 мм, для испытаний на растяжение (согласно бразильскому методу) с использованием гидравлического поршня диаметром 65 мм. Испытания на проницаемость и L1132 проводились в процессе односторонней стационарной фильтрации с использованием установки для анализа керна PIK-OFP-USN. Затем формы погружали в водяную баню, поддерживаемую при температуре 25°C, на определённое время [49, 106].

Каждый состав оценивалась в двух температурных режимах: при низкой температуре (25°C) и при высоком температурном режиме (циклические колебания от 25°C до 300°C). Всего для испытаний было подготовлено 432 образца цементного

камня (288 цилиндрических и 144 кубических), по 216 образцов для каждого типа добавки (наноглины и МВПУН) (рисунок 2.7).



Рисунок 2.7 – Кубические и цилиндрические образцы, использованные в исследовании (фото автора)

На рисунке 2.7 показаны кубические и цилиндрические образцы, использованные в исследовании. Перед испытанием цементного камня (на сжатие, растяжение, проницаемость и т. д.) при низких температурах образцы (216 штук: 144 цилиндра и 72 куба) выдерживались в водяной бане в течение 7 и 28 дней. Образцы, оцененные при высоких температурах, сначала помещались в водяную баню при 25°C на 4 и 25 дней, после чего подвергались воздействию температуры 300°C в автоклаве в течение 3 дней для имитации рабочего цикла скважин с паровым впрыском. Затем эти образцы охлаждались и испытывались также, как и для низкотемпературных условий. В таблице 2.2 показаны условия выдержки образцов тампонажного камня до испытаний [117].

Таблица 2.2 – Условия выдержки образцов тампонажного камня (составлено автором)

Режим	Время хранения образцов	Температура среды
Низкотемпературный	7 суток в водяной бане	25 °С
	28 суток в водяной бане	25 °С
Высокотемпературный (один термоцикл)	7 суток: 4 суток в водяной бане 3 суток в автоклаве	25 °С 300 °С
	28 суток: 25 суток в водяной бане 3 суток в автоклаве	25 °С 300 °С

## 2.4 Измерение прочности на сжатие

«Тест на прочность на сжатие является важным этапом оценки механических свойств цемента, особенно для его применения в нефтегазовой промышленности, где цемент используется для герметизации скважин и обеспечения изоляции пластов. Оценка прочности на сжатие определяет, насколько хорошо цемент выдерживает осевые нагрузки без разрушения» [66]. Этот метод является стандартной процедурой при оценке долговечности и эффективности цемента, поскольку он предоставляет непосредственные данные о способности материала противостоять разрушению под действием сжимающих сил [88, 105].

Для данного исследования используется стандартный образец цемента. Состав цемента зависит от конкретного применения, но обычно это цемент класса G или H, который часто используется в нефтегазовой промышленности благодаря своей прочности и долговечности в экстремальных условиях. Важным фактором также является водоцементное соотношение. Согласно стандарту ISO 10426-2:2003, стандартный состав цементного раствора включает 500 граммов цемента, смешанных с 44 % воды от массы цемента и 0,8 % пластификатора (С-3), что улучшает текучесть раствора [72].

Основным прибором для тестирования прочности на сжатие является универсальная испытательная машина (UTM - CONTROLS Pilot 3), которая показана на рисунке 2.8, часто называемая гидравлическим прессом для сжатия. Этот прибор

предназначен для контролируемого воздействия нагрузок на образец, обеспечивая точные измерения его механической прочности.



Рисунок 2.8 – Испытательная машина CONTROLS Pilot 3 (фото автора)

**Машина для тестирования на сжатие:** типичная универсальная испытательная машина состоит из гидравлической системы, которая прикладывает контролируемую силу к образцу цемента. Она оснащена рамой с верхними и нижними плитами, между которыми размещается образец. Прилагаемая сила измеряется с помощью датчика нагрузки, а деформация отслеживается с помощью датчика перемещений.

**Основные компоненты:**

- рама нагрузки: структура, удерживающая образец на месте;
- гидравлическая система, передающая постепенно увеличивающуюся нагрузку на образец;
- датчик нагрузки: сенсор, измеряющий прикладываемую силу;

- система управления: либо ручная, либо компьютеризированная, регулирующая скорость прикладывания нагрузки;
- плиты: плоские поверхности, между которыми сжимается образец;
- кубические или цилиндрические формы: образцы цемента обычно отливаются в формы стандартных размеров (либо кубические, либо цилиндрические) для обеспечения равномерности тестирования. В нашем исследовании, как упоминалось ранее, образцы имеют кубическую форму с длиной грани 40 мм.

### **Подготовка образцов цемента**

Образцы цемента сначала готовятся путем смешивания цемента и воды для получения раствора. Водоцементное соотношение обычно регулируется в зависимости от типа цемента и желаемых характеристик образца. Полученный раствор заливают в формы (кубические или цилиндрические), при этом следует убедиться, что в смеси нет пузырьков воздуха. Эти формы оставляют для твердения в контролируемых условиях, обычно на 24 часа, чтобы цемент затвердел.

### **Процесс твердения**

После затвердевания образцы цемента погружаются в воду для выдержки в течение определенного времени. Процесс твердения важен, так как он гарантирует, что цемент достигнет оптимальной прочности перед испытанием. Обычно твердение происходит при комнатной температуре (около 25°C), но также может проводиться при повышенных температурах, если тест имитирует условия в скважинах [63, 105, 132].

Срок выдержки может варьироваться от 7 до 28 дней в зависимости от требуемых спецификаций. В нашем исследовании тестирование прочности на сжатие цементной матрицы проводилось через 7 и 28 дней, согласно требованиям ISO 10426-2:2003 API (RP 10B-2) [48, 72]. Для каждого температурного режима, как указано в таблице 2.2, и для всех исследуемых составов (как показано в таблице 2.1) использовались три кубических образца с длиной грани 40 мм. Прочность на сжатие

каждого состава рассчитывалась на основе среднего значения прочности трех испытанных образцов.

### **Настройка машины для тестирования на сжатие**

После завершения процесса твердения образцы извлекают из форм и помещают в машину для тестирования на сжатие между верхней и нижней плитами. Необходимо убедиться, что образец идеально выровнен между плитами, чтобы избежать неравномерного распределения нагрузки во время тестирования. Машина калибруется, и скорость перемещения устанавливается (обычно от 1 мм/мин до 5 мм/мин) в зависимости от размера образца и типа теста [48].

### **Проведение испытания**

Машина постепенно прикладывает возрастающую нагрузку к образцу цемента. По мере увеличения нагрузки образец начинает деформироваться. Нагрузка продолжает увеличиваться до тех пор, пока образец не разрушится. Максимальная нагрузка при разрушении фиксируется как прочность на сжатие.

Прочность на сжатие рассчитывается путем деления максимальной приложенной силы (в Ньютонах) на площадь поперечного сечения образца (в квадратных метрах). Результат выражается в мегапаскалях (МПа) или фунтах на квадратный дюйм (psi) в зависимости от используемой системы измерений.

### **Запись данных**

Во время теста машина непрерывно записывает данные, включая приложенную силу и соответствующее перемещение. Эти данные затем анализируются для определения прочности на сжатие и общей механической производительности цемента.

### **Анализ результатов**

Результаты теста на прочность на сжатие предоставляют четкие данные о способности цемента выдерживать сжимающие нагрузки, что имеет решающее значение для его использования в нефтяных скважинах. Высокие значения прочности

на сжатие указывают на то, что цемент лучше способен поддерживать структурную целостность при высоких давлениях, типичных для нефтяных скважин [67, 96, 106].

## 2.5 Измерение прочности на растяжение

Тест на прочность на растяжение является важным этапом оценки механических свойств цемента, особенно при его использовании в нефтегазовой промышленности, где цемент применяется для герметизации скважин и обеспечения изоляции пластов. Оценка прочности на растяжение позволяет определить способность цемента выдерживать осевые растягивающие нагрузки без разрушения. Этот метод является стандартной процедурой для оценки долговечности и эффективности цемента, так как он предоставляет важные данные о способности материала выдерживать растягивающие силы, что имеет прямое отношение к его эксплуатационным характеристикам в условиях высоких нагрузок [23, 24, 79].

Основным устройством, используемым для проведения теста на прочность на растяжение, является универсальная испытательная машина (UTM - CONTROLS Pilot 3), аналогичная той, что применяется при испытаниях на сжатие. В частности, для теста на растяжение применяется бразильский метод (Brazilian Test Method), который широко используется для непрямого измерения прочности на растяжение образцов цементного камня, как показано на рисунке 2.9.

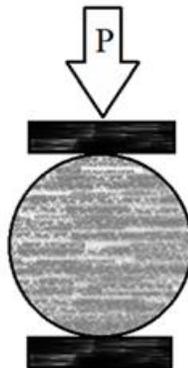


Рисунок 2.9 – Схема для проведения испытания прочности тампонажного камня с помощью бразильского теста (составлено автором)

«Бразильский тест заключается в приложении сжимающей силы к боковым сторонам цилиндрического образца, что создает осевую растягивающую нагрузку в центре образца» [49]. Приложение нагрузки в поперечном направлении приводит к разрушению образца по оси растяжения [105].

#### **Основные компоненты испытательной машины:**

- рама нагрузки: структура, удерживающая образец на месте во время испытания;
- гидравлическая система: система, которая обеспечивает контролируемое увеличение нагрузки на образец;
- датчик нагрузки: сенсор, измеряющий силу, прикладываемую к образцу.
- система управления: система (ручная или компьютеризированная), контролирующая скорость приложения нагрузки;
- плиты: плоские поверхности, между которыми сжимается образец;
- цилиндрические формы: образцы цемента для теста на растяжение обычно изготавливаются в виде цилиндров с диаметром 38,1 мм и длиной 22,9 мм, что обеспечивает стандартные условия для испытаний на прочность [48, 100].

#### **Подготовка образцов цемента**

Образцы цемента сначала готовятся путем смешивания цемента и воды для получения однородного цементного раствора. Водоцементное соотношение регулируется в зависимости от типа цемента и требований к характеристикам. Раствор цемента заливают в цилиндрические формы, при этом важно убедиться, что в смеси не осталось пузырьков воздуха. После этого формы оставляют в контролируемых условиях на 24 часа для первичного твердения цемента [103, 106].

#### **Процесс твердения**

После начального затвердевания образцы погружаются в воду для окончательного твердения на определенный срок. Этот процесс важен для достижения максимальной прочности цемента перед тестированием. Обычно

твердение проводится при комнатной температуре (около 25°C), но для симуляции условий в нефтяных скважинах можно использовать повышенные температуры.

Период твердения варьируется от 7 до 28 дней в зависимости от требований к испытаниям. Согласно стандарту ISO 10426-2:2003 (API RP 10B-2), образцы для тестов на прочность на растяжение обычно выдерживают 7 или 28 дней в зависимости от условий проведения испытания [48]. В нашем исследовании тестирование прочности на сжатие цементной матрицы проводилось через 7 и 28 дней, согласно требованиям ISO 10426-2:2003 (API RP 10B-2) [48, 72]. Для каждого температурного режима, как указано в таблице 2.2, и для всех исследуемых составов (как показано в таблице 2.1). По три цилиндрических образца каждого из составов были использованы для оценки прочности цементного камня на растяжение для каждого из температурных режимов. Предел прочности каждого из составов рассчитывался как среднее значение предела прочности при растяжении трех испытанных образцов.

### **Настройка испытательной машины**

Перед началом теста образцы извлекаются из форм и помещаются в универсальную испытательную машину между сжимающими плитами. Цилиндрический образец размещается горизонтально, так чтобы боковые стороны были подвержены сжимающим усилиям. Важно убедиться, что образец выровнен правильно, чтобы избежать искажений при измерении силы.

Машина калибруется, а скорость перемещения плит (нагрузки) устанавливается (обычно в диапазоне 1-5 мм/мин) в зависимости от размеров образца и типа испытания [103, 105].

### **Проведение испытания**

Машина прикладывает постепенно увеличивающуюся сжимающую нагрузку к боковым сторонам цилиндрического образца. Внутреннее напряжение на растяжение возрастает до тех пор, пока образец не разрушится по оси растяжения. Максимальная нагрузка при разрушении фиксируется как прочность на растяжение.

«Прочность на растяжение вычисляется по формуле (2.1):

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi dL} \quad (2.1)$$

где  $\sigma_t$  — прочность на растяжение, МПа;

$P$  — максимальная приложенная сила, Н;

$d$  — диаметр образца, мм;

$L$  — длина образца, мм» [105].

### **Запись данных**

Во время испытания машина записывает данные о приложенной силе и смещении. Эти данные затем анализируются для определения прочности на растяжение и механических характеристик цемента.

### **Анализ результатов**

Результаты испытаний на прочность на растяжение предоставляют важную информацию о способности цемента выдерживать осевые растягивающие нагрузки, что имеет важное значение для оценки его эксплуатационных характеристик при цементировании скважин. Высокие значения прочности на растяжение свидетельствуют о том, что цемент способен сохранять свою целостность под воздействием растягивающих усилий, что крайне важно для долгосрочной стабильности скважин [71].

## **2.6 Измерение проницаемости**

Измерение проницаемости цементных образцов — это ключевой этап в оценке их свойств, особенно для применения в нефтегазовой промышленности при цементировании скважин. Проницаемость характеризует способность цемента пропускать жидкости, что крайне важно для предотвращения миграции флюидов между различными геологическими формациями. В этом эксперименте проницаемость измеряется с использованием закона Хагена-Пуазейля, который является распространенным методом для расчета потока жидкости через пористый материал.

Для оценки проницаемости цементных образцов, особенно в условиях воздействия высоких температур, применяется специализированное оборудование — установка для измерения проницаемости при высокотемпературных режимах, например, PIK-OFP-UCH. Данное устройство, представленное на рисунке 2.10, «предназначено для проведения испытаний в стационарных условиях при контролируемых значениях температуры и давления.



Рисунок 2.10 - Установка для измерения проницаемости образцов цемента  
Edocational Gas Permeameter GP-101A (составлено автором)

Ключевыми элементами измерительной системы являются:

**фильтрационный блок** — цилиндрическая камера, в которую помещается исследуемый цементный образец;

**датчики давления и температуры** — устройства, регистрирующие изменения параметров давления и температуры до и после прохождения среды через образец;

**система подачи жидкости** — обеспечивает стабильное давление на входе и выходе системы;

**цифровая система управления** — записывает данные о скорости потока жидкости, давлении и температуре.

### **Подготовка цементных образцов**

Образцы цемента готовятся в соответствии со стандартами ISO 10426-2:2003, API (RP 10B-2)» [48, 72]. Цемент смешивается с водой для создания суспензии с определенным водоцементным соотношением, которое может варьироваться в

зависимости от характеристик используемого цемента, например, классов G или H, широко применяемых в нефтегазовой отрасли [78]. Полученная смесь заливается в цилиндрические формы (диаметром 38,1 мм и длиной 22,9 мм) и оставляется для отверждения на 7 или 28 дней при температуре 25°C, как указано в стандарте.

После подготовки и отверждения образцы подвергаются тестированию на проницаемость. Закон Хагена-Пуазейля используется для расчета проницаемости, исходя из потока жидкости через цилиндрический образец. Формула для расчета выглядит следующим образом (2.2):

$$K = \frac{Q \cdot \eta \cdot L}{\Delta P \cdot A} \quad (2.2)$$

где  $K$  — коэффициент проницаемости ( $m^2$ );

$Q$  — объемный поток жидкости ( $m^3/c$ );

$\eta$  — вязкость жидкости ( $Pa \cdot c$ );

$L$  — длина образца (м);

$\Delta P$  — перепад давления на концах образца (Па);

$A$  — площадь поперечного сечения образца ( $m^2$ ) [106].

Закон Хагена-Пуазейля позволяет рассчитать коэффициент проницаемости на основе потока жидкости через поры образца и давления, приложенного к нему. Этот метод широко используется для проведения оценки цементных составов в условиях, имитирующих высокие температуры и давления, характерные для эксплуатации нефтегазовых скважин, используется специализированное лабораторное оборудование.

**Процедура измерения** включает следующие этапы:

- настройка параметров испытания: После завершения процесса отверждения, цементные образцы помещаются в фильтрационный блок установки PIK-OFP-USH. В соответствии с требованиями экспериментальных условий, задаются начальные значения давления и температуры, обеспечивающие моделирование реальных эксплуатационных параметров. Обычно испытания проводятся при давлении от 5 до 100 бар и при температуре до 300°C [77].

- протекание жидкости через образец: Жидкость, обычно это вода или имитирующий раствор, прокачивается через образец цемента. Датчики фиксируют скорость потока и изменение давления, что позволяет оценить проницаемость. Важным аспектом является учет температуры, так как при высоких температурах вязкость жидкости изменяется, что влияет на результаты измерений [73].

**Анализ результатов:** в ходе эксперимента измеряются параметры потока и давления, и с их помощью рассчитывается коэффициент проницаемости. В идеальных условиях проницаемость должна быть минимальной (ниже  $10^{-19}$  м<sup>2</sup>), что свидетельствует о герметичности цементного камня и его способности предотвращать утечку флюидов [75].

### **Критерии оценки**

Для оценки пригодности цемента к использованию в нефтегазовых скважинах коэффициент проницаемости сравнивается с установленными стандартами ISO 10426-2:2003, API (RP 10B-2) [48, 72]. Низкие значения проницаемости означают, что цементный камень сможет эффективно выполнять свою функцию изоляции и не позволит миграции флюидов.

## **2.7 Измерение прочности сцепления цемента с металлом**

Целью эксперимента по измерению прочности сцепления цемента с металлом является оценка адгезионных свойств цементных композиций, которые используются для цементирования нефтяных скважин. Этот процесс играет ключевую роль в обеспечении герметичности скважины и предотвращении утечек флюидов, что особенно важно в экстремальных условиях эксплуатации нефтяных месторождений. Прочность сцепления между цементом и металлическими поверхностями обсадных труб определяет долговечность и надежность цементного кольца, обеспечивая защиту от миграции флюидов и разрушений конструкции.

Для измерения прочности сцепления цемента с металлом используется прибор, известный как испытательная машина на растяжение и сжатие. Прочность сцепления

цемента с металлом определялась по методике, разработанной в Санкт-Петербургском горном университете [83, 84, 106]. Это устройство широко применяется в нефтегазовой промышленности для проведения тестов на сцепление цемента и металла.

Испытательная машина состоит из следующих компонентов (рисунок 2.11):

нагрузочная рама – конструкция, удерживающая образец в фиксированном положении;

гидравлическая система – используется для создания контролируемой нагрузки на образец;

датчики силы и деформации – для измерения прикладываемой силы и перемещения поверхности образца во время теста;

компьютерная система управления – для задания параметров тестирования и сбора данных.

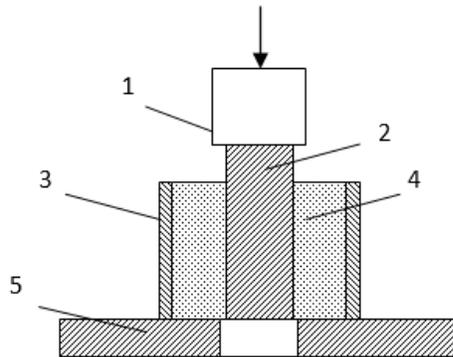


Рисунок 2.11 – Схема испытания прочности сцепления цементного камня с металлом  
1 – плунжер гидромеханического пресса; 2 – металлический стержень; 3 – форма; 4 – цементный камень; 5 – опорное кольцо (составлено автором)

### **Подготовка образцов**

Для проведения эксперимента готовятся образцы, которые состоят из цемента и металла, в данном случае – стальных труб. Металл очищается от загрязнений и покрытий для улучшения адгезии с цементом. Цементный раствор состоит из смеси цемента класса G, воды и добавок, регулирующих его свойства. Приготовление цементного раствора проводится согласно стандартам ISO 10426-2:2003, API (RP 10B-

2) [48, 72], которые регламентируют состав цементных композиций для нефтяных скважин.

Подготовленную цементную смесь заливают в форму - 3 диаметром 70 мм и высотой 50 мм, после чего в центр помещают металлический цилиндр - 2 диаметром 40 мм и оставляются для твердения. Время твердения может варьироваться от 7 до 28 дней в зависимости от условий эксперимента и температурного режима. При моделировании условий скважины возможно использование автоклава для имитации высоких температур и давления [87, 106].

### **Методика проведения эксперимента**

После полного затвердевания цементных образцов — 4, они извлекаются из форм и размещаются в испытательной установке для проведения прочностного анализа. Испытания начинаются после выдержки в течение заданного промежутка времени, обеспечивающего стабилизацию структуры материала.

Для создания необходимого давления на цилиндрический образец используется гидравлический пресс — 1. Крайне важно обеспечить точное центрирование образцов между верхней и нижней плитами прессы, чтобы гарантировать равномерное распределение нагрузки и достоверность полученных результатов.

В процессе испытания на прочность сцепления цементный образец подвергается увеличивающейся силе сжатия или растяжения. Испытательная машина медленно прикладывает нагрузку к образцу до тех пор, пока не произойдет разрушение соединения цемента с металлом. Записываются показатели максимальной нагрузки, при которой произошло разрушение – это и есть значение прочности сцепления, Давление, при котором образец выдавливается (максимальное давление, показанное гидравлическим прессом), равно касательному напряжению  $\tau$ . [93, 106].

### **Температурные условия**

Для оценки влияния температуры на прочность сцепления образцы могут подвергаться тестированию при различных температурах. В лабораторных условиях обычно применяются температуры от комнатной (25°C) до высоких значений,

характерных для нефтяных скважин, до 300°C. При высокотемпературных тестах используется автоклав, который обеспечивает как высокое давление, так и температуру, соответствующую реальным условиям эксплуатации скважин [23, 93, 105].

### **Анализ результатов**

Результаты эксперимента позволяют оценить качество сцепления цементного материала с металлическими поверхностями и его устойчивость к различным механическим нагрузкам. Прочность сцепления является критически важным параметром, поскольку слабое сцепление может привести к разгерметизации скважины, утечке флюидов и другим аварийным ситуациям.

Данные тестирования обрабатываются с помощью программного обеспечения испытательной машины, которое автоматически строит графики зависимости силы от деформации и позволяет определить максимальное усилие, при котором произошло разрушение соединения [92, 96, 97].

## **2.8 Выводы по Главе 2**

1. Проведение экспериментальных исследований в области создания новых систем тампонажных растворов, применимых в условиях высоких пластовых температур осуществляется при использовании стандартных и специально разработанных методик на современном лабораторно-аналитическом оборудовании, находящемся в распоряжении Санкт-Петербургского горного университета имени императрицы Екатерины II.

2. Особое внимание уделялось использованию цемента класса G, который широко применяется для первичного и вторичного цементирования скважин. Определены основные функциональные компоненты тампонажных смесей, включающие усовершенствованные модифицирующие добавки, такие как углеродные нанотрубки и наноструктурированная глина, способствующие

улучшению прочностных характеристик цементного камня при воздействии высоких температур.

3. Выделены приоритетные механические и физико-химические параметры, характеризующие свойства цементного камня, а также установлены методы их определения в соответствии с международными стандартами ISO 10426-2:2003 и API RP 10B-2. Проведен подбор соответствующего лабораторного оборудования, позволяющего проводить испытания при различных температурных и давленческих режимах, что обеспечивает достоверную оценку эксплуатационной надежности и эффективности применяемых цементных систем.

## ГЛАВА 3 РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 3.1 Оценка влияния нанодобавок на прочность формируемого цементного камня на сжатие и растяжение

Поскольку предполагается, что снижение прочности цемента происходит при температурах выше  $110^{\circ}\text{C}$ , изучается влияние добавления наноглины и волокна минеральной ваты, насыщенных углеродными нанотрубками в концентрации 25 % (МВПУН), на сохранение прочности изучаемых образцов тампонажного камня в различных температурных условиях [109, 112]. На рисунках 3.1-3.2 показаны результаты определения прочности для всех образцов тампонажного камня, подвергнутых воздействию различных температурных режимов ( $25^{\circ}\text{C}$  и  $300^{\circ}\text{C}$ ).

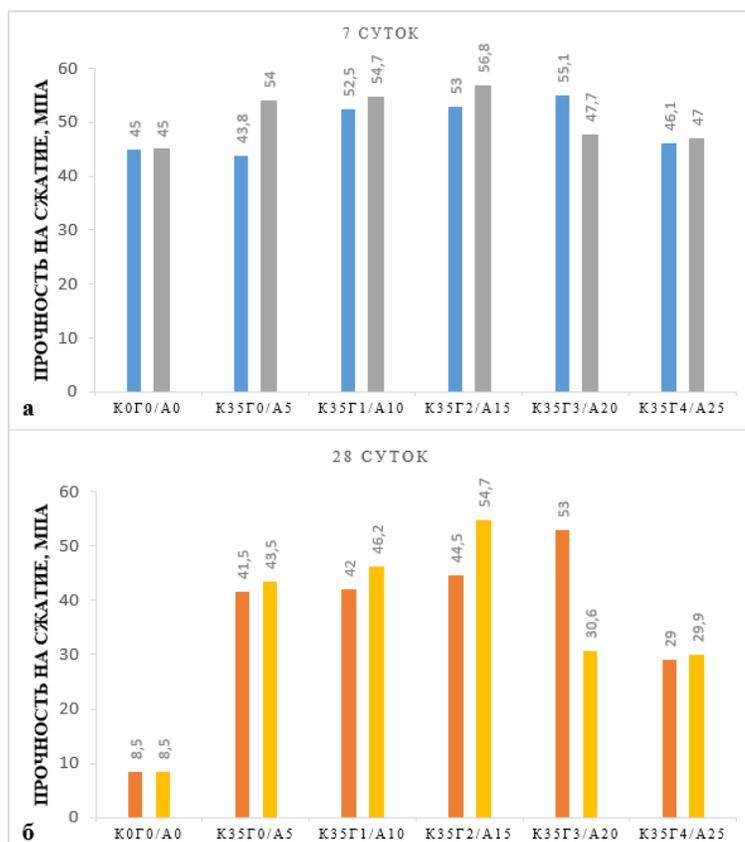


Рисунок 3.1 – Прочность на сжатие образцов, выдержанных при  $25^{\circ}\text{C}$  через:

а) 7 суток; б) 28 суток (составлено автором)

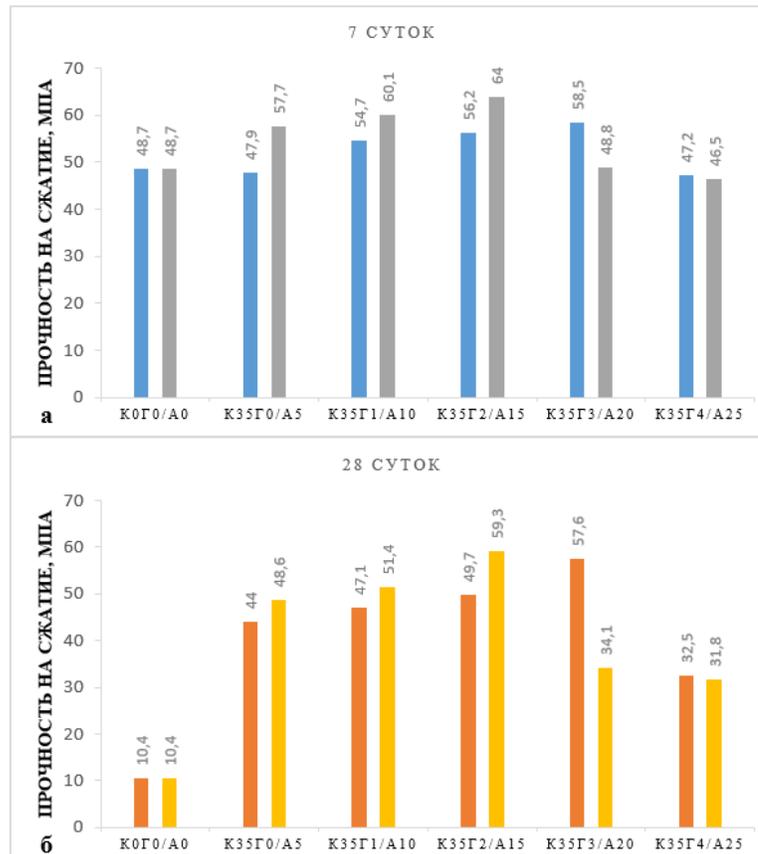


Рисунок 3.2 – Прочность на сжатие образцов, выдержанных при 300°C через:  
а) 7 суток; б) 28 суток (составлено автором)

Рисунки 3.1-3.2 иллюстрируют результаты оценки прочности на сжатие для всех образцов цементного камня, подвергнутых воздействию 25°C и 300°C. Прочность на сжатие образцов цементного камня базовой композиции (K0Г0/A0), выдержанных в высокотемпературном режиме (300°C), на 81,1 % и 78,6 % ниже, чем прочность образцов, выдержанных в низкотемпературном режиме (25°C) после 7 и 28 дней обработки.

Добавление к цементному раствору кварцевой муки в количестве 35 мас. % (образец K35Г0) привело к значительному увеличению прочности цемента, выдержанного в высокотемпературном режиме: прочность образца K35Г0 составила 41,5 МПа через 7 сут. и 44 МПа через 28 сут., что выше прочности образца K0Г0 на 79,5 % и 76,4 % соответственно. Улучшение прочности связано с образованием более стабильных продуктов C-S-H в процессе гидратации благодаря взаимодействию частиц SiO<sub>2</sub> с СН [105, 113, 114,].

При 25°C: добавление 0,15 % МВПУН в цементный раствор улучшило его прочность на 26,22 % через 7 дней (достигнув 56,8 МПа) (Рисунок 3.1-а) и на 31,42 % через 28 дней (достигнув 64 МПа) (Рисунок 3.1-б) по сравнению с А0. Аналогично, добавление до 3 масс. % наноглины в смесь с 35 масс. % диоксидом кремния (S35NC3) увеличило прочность на 25,8 % через 7 дней (до 53,0 МПа) (Рисунок 3.1-а) и на 22,1 % через 28 дней (до 57,6 МПа) (Рисунок 3.1-б) по сравнению с S35NC0.

Для обоих температурных режимов (25°C и 300°C) добавление МВПУН и наноглины положительно влияло на прочность цементного камня на сжатие. При 25°C введение 0,15 % МВПУН и 3% наноглины (в смеси с диоксидом кремния) дало сопоставимые улучшения прочности. Однако при 300°C, хотя оба добавки улучшили прочность, МВПУН показал несколько более высокие значения по сравнению с комбинацией диоксида кремния и наноглины [23, 105,106].

Для обеих добавок увеличение концентрации сверх оптимальной точки привело к снижению прочности. В частности, добавление 0,2 % МВПУН (образец А20) вызвало снижение прочности на 16 % до 23,75 % при 25°C и на 44 % до 42,5 % при 300°C по сравнению с 0,15 % МВПУН (образец А15). Аналогично, увеличение содержания наноглины до 4 масс. % (К35Г4) привело к снижению прочности на 16,3 % до 19,5 % при 25°C и на 43,6 % до 45,3 % при 300°C по сравнению с 3 % наноглины (К35Г3). Это снижение связано с агломерацией наночастиц при более высоких концентрациях, что приводит к образованию слабых зон и препятствует равномерному формированию гидратов [105, 129].

Сравнительный анализ показывает, что как МВПУН, так и наноглина эффективно повышают прочность цемента при различных температурных условиях, при этом МВПУН демонстрирует несколько лучшие результаты при более высоких температурах. Однако важным фактором является соблюдение оптимальных концентраций, чтобы избежать агломерации и обеспечить равномерное формирование гидратов, что максимизирует улучшение прочности.

Результаты оценки прочности на растяжение образцов цементного камня представлены на рисунках 3.3-3.4.

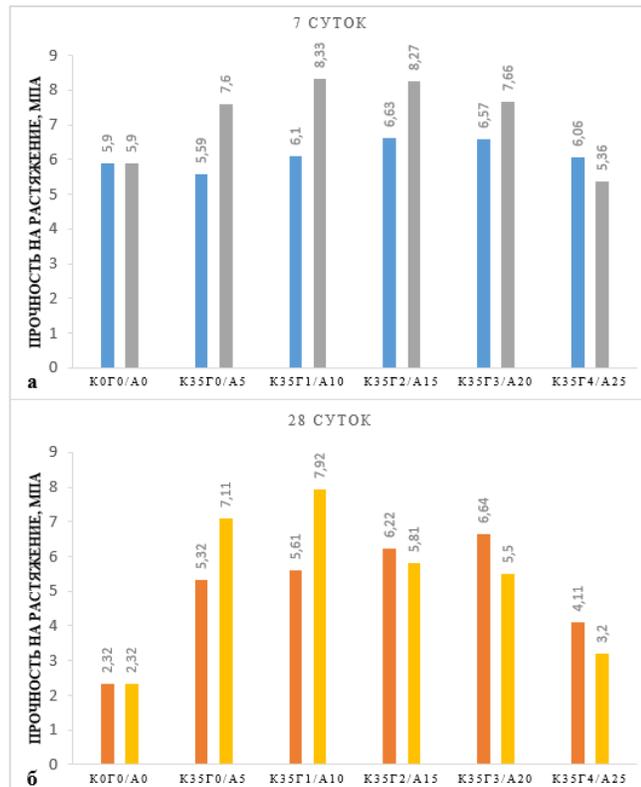


Рисунок 3.3 – Прочность на растяжение образцов, выдержанных при 25°C через: а) 7 суток; б) 28 суток (составлено автором)

При 25°C: Прочность на растяжение образцов базовой композиции (A0 и K0Г0) значительно выше при 25°C по сравнению с 300°C. Для образцов базовой композиции (A0) снижение прочности на растяжение при 300°C составило 60,6 % и 63,6 % после 7 (рисунок 3.3 б) и 28 дней (рисунок 3.4 б) отверждения соответственно. Аналогично, прочность на растяжение образцов K0Г0, выдержанных при 300°C, была на 60,7 % и 63,6 % ниже по сравнению с образцами, выдержанными при 25°C за аналогичные периоды.

Добавление МВПУН в цементную матрицу до 0,15 масс. % значительно повысило прочность на растяжение. Например, образец A15, содержащий 0,15 % МВПУН, находящийся на хранении при высокой температуре, показал высокие значения прочности на растяжение через 7 (рисунок 3.3 б) и 28 дней (рисунок 3.4 б). Однако увеличение содержания МВПУН до 20 % привело к снижению прочности на

растяжение от 5,3 % до 25,1 %, что повторяет наблюдаемые тенденции для прочности на сжатие.

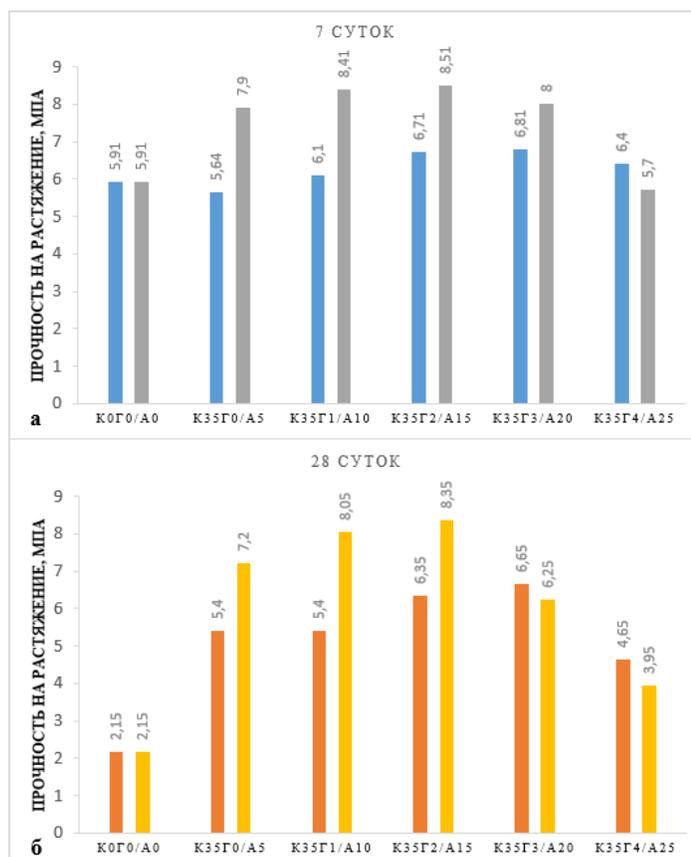


Рисунок 3.4 – Прочность на растяжение образцов, выдержанных при 300°C через:

а) 7 суток; б) 28 суток (составлено автором)

Аналогично добавление 35 % кварцевой муки (образец К35Г0) значительно увеличило прочность на растяжение, особенно при высоких температурах. Это увеличение связано с образованием стабильного С-S-H во время гидратационной реакции между реактивным SiO<sub>2</sub> и СН [106, 125].

Например, К35Г3, содержащий 35 % кварцевой муки и 3 % наноглины, продемонстрировал прочность на растяжение 6,64 МПа через 7 дней и 6,65 МПа через 28 дней при 300°C. Это соответствует увеличению на 24,8 % и 23,1 % по сравнению с К35Г0, который содержит только кварцевую муку.

При 25°C как МВПУН, так и наноглина (с кварцевой мукой) эффективно увеличивали прочность на растяжение. Образец А15 (0,15 % МВПУН) и образец К35Г3 (35 % кварцевой муки и 3 % наноглины) продемонстрировали заметные

улучшения по сравнению с их базовыми композициями. Однако при 300°C, хотя оба добавки улучшили прочность на растяжение, присутствие МВПУН в оптимальной концентрации (0,15 %) и кварцевой муки с 3 % наноглины дало наибольшие улучшения.

Обе добавки - МВПУН и наноглина показали снижение прочности на растяжение при повышенных концентрациях. Для МВПУН увеличение содержания до 0,2 % привело к снижению прочности на растяжение на 5,3 % до 25,1 %. Аналогично увеличение наноглины до 4 % привело к снижению прочности на растяжение на 6,0 % до 38,1 %. Это снижение объясняется агломерацией наночастиц при более высоких концентрациях, что приводит к образованию слабых зон и препятствует равномерному формированию гидратов [23, 124, 128].

Сравнительный анализ показывает, что как МВПУН, так и наноглина значительно повышают прочность на растяжение при различных термических условиях, причем оптимальные концентрации критичны для максимизации прочности. МВПУН демонстрирует превосходную производительность при 0,15 %, тогда как кварцевая мука с 3 % наноглины обеспечивает лучшие результаты, особенно при высоких температурах. Однако чрезмерные концентрации этих добавок могут привести к снижению прочности из-за эффекта агломерации.

### **3.2 Оценка влияния нанодобавок на проницаемость формируемого цементного камня**

Результаты оценки проницаемости образцов цементного камня, выдержанных при высокотемпературных условиях, представлены на рисунке 3.5. Все образцы цемента прошли процесс сушки перед оценкой газопроницаемости, в соответствии с методикой, предложенной Санхуаном М.А. и Муньос-Мартиалаем Р. [117].

Базовые образцы - А0 и К0Г0 показали проницаемость 0,0054 и 0,0056 МКМ<sup>2</sup> \*10<sup>-3</sup> соответственно после 7 и 28 дней. Для МВПУН добавление до 0,15 % значительно снижает проницаемость.

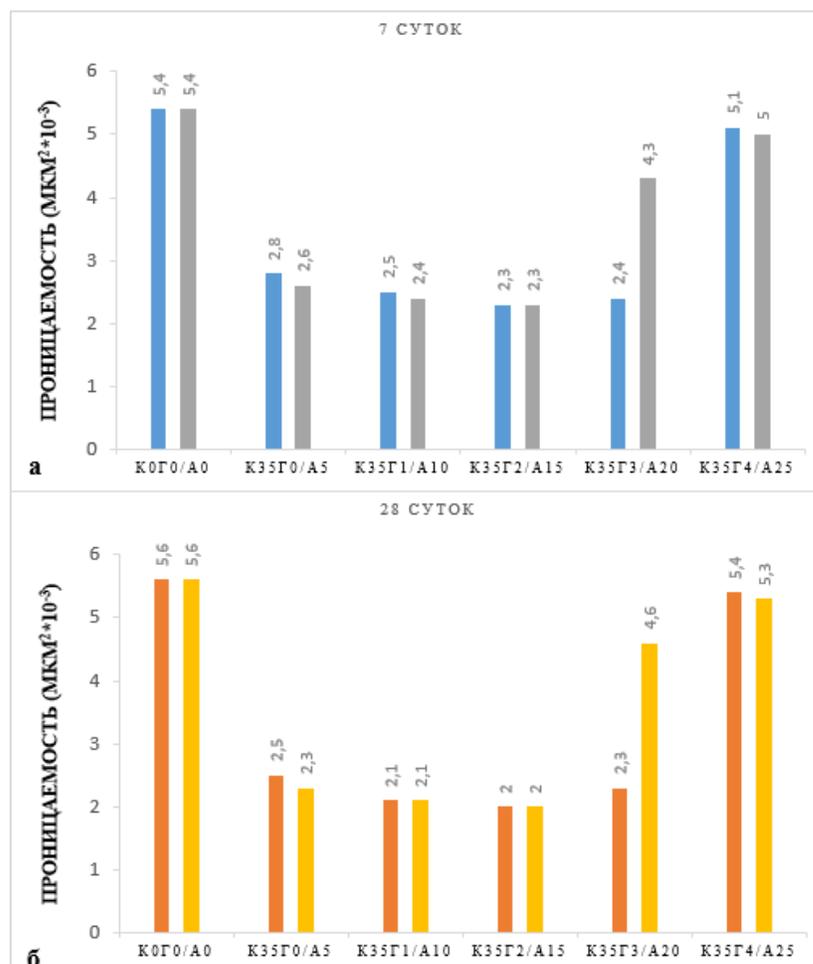


Рисунок 3.5 – Проницаемость образцов цементного камня после хранения в условиях высоких температур (один термоцикл):

а) через 7 суток; б) через 28 суток (составлено автором)

В частности, добавление 0,15 % МВПУН привело к снижению проницаемости на 57,4 % после 7 дней и на 64,3 % после 28 дней по сравнению с базовым составом (А0). Однако увеличение содержания МВПУН до 0,2 % привело к значительному увеличению проницаемости, на 86,95 % – в 1,3 раза выше по сравнению с оптимальным результатом при 0,15 % МВПУН. Это говорит о том, что хотя МВПУН эффективно снижает проницаемость при оптимальных концентрациях, чрезмерные количества могут приводить к отрицательным эффектам на проницаемость.

Добавление 35 % кварцевой муки (образец К35Г0) значительно снизило проницаемость, показывая снижение на 48,1 % после 7 дней и на 55,4 % через 28 дней по сравнению с базовым составом (К0Г0). Дальнейшее добавление до 2 % наноглины

в сочетании с кварцевой мукой снизило проницаемость на 16,0 %, что в совокупности дало общее снижение до 62,5 % по сравнению с базовым составом. Однако увеличение содержания наноглины до 3 % привело к увеличению проницаемости с 4,3 % после 7 дней до 15,0 % после 28 дней. Дальнейшее увеличение содержания наноглины до 4 % привело к значительному росту проницаемости, в 1,8-2,2 раза выше, чем у образца К35Г0, и в 2,2-2,7 раза выше по сравнению с оптимальным результатом при 2 % наноглины.

И МВПУН, и наноглина эффективно снижают проницаемость при оптимальных концентрациях. Добавление 0,15 % МВПУН и сочетание 35 % кварцевой муки с 2 % наноглины продемонстрировали самые значительные уменьшения проницаемости. В частности, 0,15 % МВПУН снизило проницаемость на 57,4 % и 64,3% после 7 и 28 дней соответственно. Добавление 35 % кварцевой муки с 2 % наноглины привело к общему снижению до 62,5 % по сравнению с базовым составом.

Чрезмерные концентрации обеих добавок приводили к увеличению проницаемости. Для МВПУН содержание 0,2 % привело к значениям проницаемости на 86,95 % – в 1,3 раза выше по сравнению с оптимальными 0,15 % МВПУН. Аналогично, содержание наноглины выше 2 %, особенно при 3 % и 4 %, привело к значительным увеличениям проницаемости, что подчеркивает важность поддержания оптимальных концентраций добавок для достижения желаемых характеристик проницаемости [23, 105, 106].

Анализ показывает, что как МВПУН, так и наноглина, используемые при оптимальных концентрациях, значительно улучшают проницаемость цементного камня при высоких температурах. Однако контроль концентрации добавок является критически важным, так как их избыток может негативно сказаться на проницаемости, потенциально снижая положительные эффекты, наблюдаемые при оптимальных уровнях.

### 3.3 Результаты исследований влияния нанодобавок на адгезию на границе «металл-цементный камень»

Результаты исследования влияния добавления МВПУН и наноглины на адгезионную прочность цементного камня для всех образцов, подвергавшихся воздействию температур 25°C и 300°C, представлены на рисунках 3.6-3.7. При анализе значений адгезионной прочности очевидно, что при 25°C адгезионная прочность базовых образцов (А0 и К0Г0) значительно выше, чем их значения при 300°C.

При температуре 25°C добавление МВПУН и наноглины к тампонажному раствору положительно влияло на адгезионную прочность через 7 дней (рисунок 3.6 а) с увеличением в диапазоне от 38,8 % до 52,1 % и от 2,1 % до 21,2 % соответственно. В частности, образец А15 показал увеличение адгезионной прочности на 51,1 % по сравнению с базовым образцом, тогда как образец А10 достиг наибольшего прироста в 52,1 %. Однако увеличение концентрации МВПУН оказало отрицательное влияние, приводя к снижению адгезионной прочности на 1,9 %.

Напротив, образец К35Г2 показал увеличение адгезионной прочности на 21,2 %. Через 28 дней (рисунок 3.6 б) эффект этих добавок варьировался в диапазоне от 12,9 % до 68,8 % для МВПУН и от 11,7 % до 34,8 % для наноглины. Примечательно, что, хотя А15 показал наибольшее увеличение адгезионной прочности, добавление 0,1 % МВПУН также оказало значительное положительное воздействие, увеличив адгезионную прочность на 64,5 %.

Положительное влияние МВПУН и наноглины на адгезионную прочность при высоких температурах также было отмечено. При температуре 300°C через 7 дней (рисунок 3.7 а) прирост варьировался от 127,4 % до 227,8 % для МВПУН и от 119,6 % до 174,3 % для наноглины. Однако увеличение содержания МВПУН в тампонажный раствор привело к снижению улучшения на 32,2 % по сравнению с другими добавками. Подобные эффекты наблюдались при высоких концентрациях наноглины, что было связано с агломерацией.

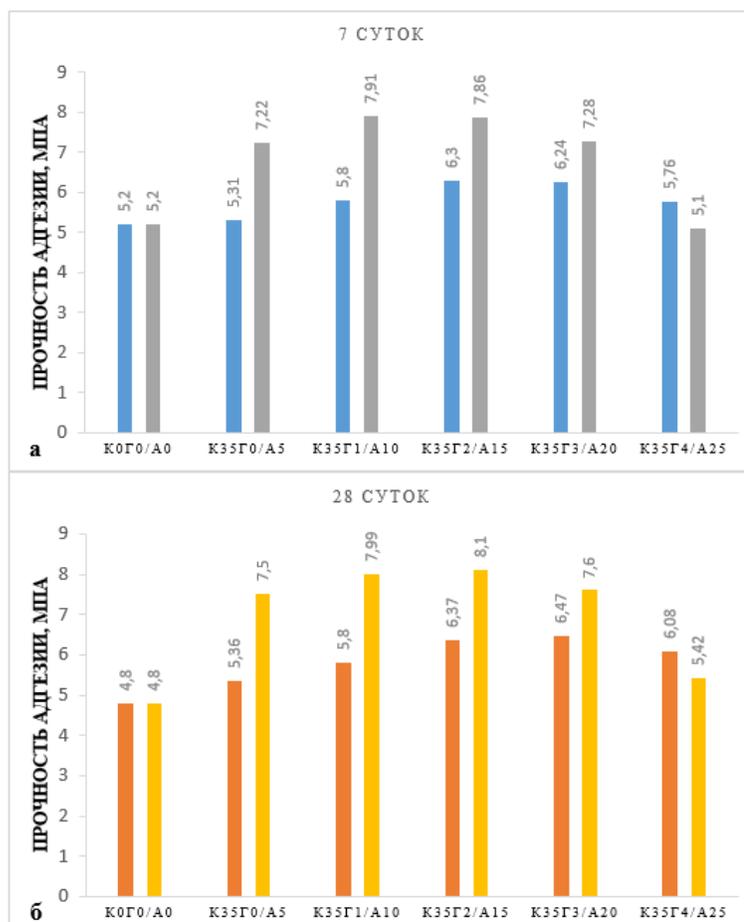


Рисунок 3.6 – Прочность адгезии образцов, отвержденных при 25°C через:

а) 7 суток; б) 28 суток (составлено автором)

Через 28 дней (рисунок 3.7-б) адгезионная прочность увеличилась на 70,5 % - 260,5 % для МВПУН и на 101 % - 187,3 % для наноглины соответственно. Наилучшие результаты были достигнуты при 0,15 % МВПУН, что привело к увеличению адгезионной прочности на 260,5 %, что считается отличным результатом при условиях высоких температур и давления (НРНТ).

Сравнение кривых прочности на растяжение и адгезионной прочности показывает прямую зависимость и схожее поведение, особенно при высоких температурах. Падение значений происходит, когда начинается процесс сушки геля С-S-Н при 100°C [127, 133, 105].

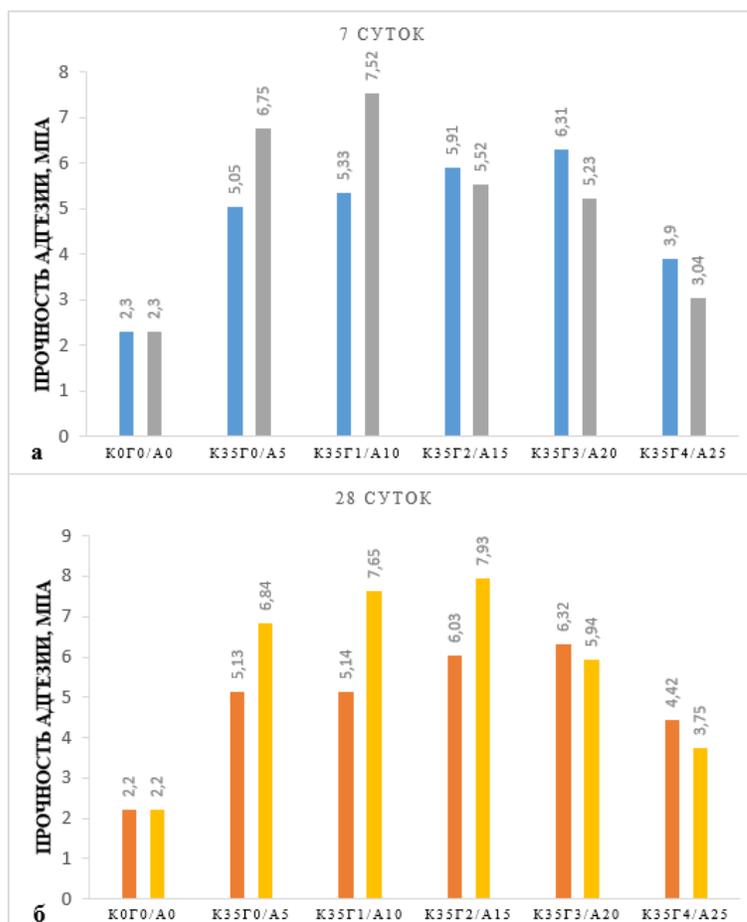


Рисунок 3.7 – Прочность адгезии образцов, отвержденных при 300°C через:  
а) 7 суток; б) 28 суток (составлено автором)

### 3.5 Выводы по Главе 3

На основании результатов проведённых экспериментальных исследований сформулированы следующие заключения относительно эффективности применения наномодифицирующих добавок для повышения эксплуатационных характеристик цементного камня, используемого при цементировании нефтегазовых скважин в условиях воздействия высоких температур:

1. Повышение прочностных характеристик. Введение нанодобавок, таких как наноглина и МВПУН (минеральная вата, пропитанная углеродными нанотрубками), значительно повышает прочность цементного камня как при комнатной температуре (25°C), так и при высокой (до 300°C). Установлено, что на оптимальных концентрациях нанодобавки обеспечивают повышение прочности на сжатие и

растяжение до 60-70 % в сравнении с базовыми образцами. В частности, добавление МВПУН в концентрации 0,15 % показало наилучшие результаты, обеспечивая увеличение прочности на растяжение до 260,5 % после 28 суток при температуре 300°C. Это подчеркивает эффективность использования МВПУН для повышения термической стойкости цемента.

2. Оптимизация концентраций нанодобавок. Исследования показали, что оптимальная концентрация наноглины — 2-3 %, а МВПУН — 0,15 %. Превышение этих значений приводит к агломерации частиц, что, в свою очередь, вызывает ослабление структуры цементного камня и ухудшение его механических свойств. Например, при увеличении концентрации МВПУН до 0,2 % наблюдалось значительное снижение прочности и увеличение проницаемости на 86,95 % по сравнению с оптимальной концентрацией. Это указывает на важность соблюдения оптимальных концентраций добавок для достижения наилучших характеристик цемента.

3. Улучшение адгезионных свойств. Нанодобавки, включая МВПУН и наноглину, положительно влияют на адгезионную способность цементного камня, что особенно важно для предотвращения расслаивания и образования трещин в цементной оболочке при изменении температур. Адгезионная прочность образцов, содержащих МВПУН, увеличивалась на 127,4-260,5 % при высокой температуре (300°C). Важно отметить, что использование МВПУН в концентрации 0,15 % дало наилучший результат, обеспечивая максимальное повышение адгезионной прочности в условиях высоких температур.

4. Снижение проницаемости. Добавление МВПУН наряду с наноглиной значительно снижает газопроницаемость цементного камня. Для образцов с 0,15 % МВПУН наблюдалось снижение проницаемости на 57,4 % после 7 суток и на 64,3 % после 28 суток по сравнению с базовыми образцами. Это указывает на улучшение герметичности цемента и его способность эффективно препятствовать утечкам газа в условиях повышенных температур. Увеличение содержания МВПУН до 0,2 % привело

к росту проницаемости материала на величину от 86,95 % до 130 %, что акцентирует внимание на критической важности строгого регулирования концентрации данных добавок для обеспечения оптимальных эксплуатационных характеристик.

5. Термостойкость цемента. В условиях высоких температур (300°C) цементные составы с нанодобавками, включая МВПУН, и наноглину, продемонстрировали высокую устойчивость к термическому разрушению. Наиболее эффективными оказались составы с 0,15 % МВПУН и 3 % наноглины, что позволило значительно увеличить прочностные и адгезионные характеристики цемента даже при длительном воздействии высоких температур. Эти результаты подчеркивают перспективность использования таких добавок при цементировании глубоких нефтяных и газовых скважин.

Таким образом, результаты проведенных исследований подтверждают эффективность применения нанодобавок для улучшения механических, адгезионных и герметизирующих свойств цемента, используемого для цементирования нефтяных и газовых скважин в условиях высоких температур. Важно отметить, что наиболее перспективными добавками являются МВПУН в концентрации 0,15 % и 3 % наноглины, при этом необходимо соблюдать оптимальные концентрации для предотвращения агломерации частиц и достижения максимального эффекта. В дальнейшем исследования могут быть направлены на разработку новых типов наноматериалов и изучение их влияния на эксплуатационные характеристики цементных составов в условиях экстремальных температур и давлений.

## ГЛАВА 4 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ВЫВОД НАПРЯЖЕНИЯ СДВИГА В ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СКВАЖИНАХ И ЕГО СВЯЗЬ С УСТОЙЧИВОСТЬЮ СКВАЖИНЫ

### 4.1 Разработка алгоритма расчета прочности крепи скважины при воздействии сдвиговых напряжений горных пород в термобарических условиях

В высокотемпературных скважинах, особенно подвергаемых геотермальным или улучшенным методам нефтедобычи, цемент и горные породы на границе раздела со стволом скважины испытывают значительные термические напряжения из-за температурных вариаций по глубине. При повышении температуры скважины оба материала расширяются, но с разной скоростью, что может привести к сдвиговым напряжениям вдоль интерфейса. Если эти напряжения превышают адгезионную прочность (прочность сцепления) интерфейса цемент-горная порода, может произойти расслоение или микротрещины, что может быть выражено следующим критерием (4.1):

$$\tau \geq \tau_c \quad (4.1)$$

где  $\tau$  – Напряжение сдвига на границе МПа;

$\tau_c$  – прочность сцепления интерфейса цемент-горная порода МПа.

Следовательно, точный расчет сдвигового напряжения на границе раздела цемент-горная порода имеет решающее значение для оценки целостности и долговечности ствола скважины. Целью этого вывода является разработка математической формулы, выражающей сдвиговое напряжение  $\tau(z,t)$  как функцию глубины  $z$  и температуры  $t$  с учетом температурной зависимости свойств материалов цемента и сланца, наиболее распространенной породы в высокотемпературных скважинах. Предыдущие исследования, такие как исследования Табатабаи Моради [125] изучали механическую стабильность цемента в условиях высоких температур. Эти исследования обычно подчеркивают роль температурно-зависимых свойств, таких как модуль сдвига  $G(T)$  и коэффициент термического расширения  $\alpha(T)$ . Кроме

того, в литературе, посвященной целостности скважин и геомеханике [81, 108, 131], были предложены различные модели напряжений, вызванных дифференциальным термическим расширением. Этот вывод основывается на этих основополагающих работах, включая реалистичные температурные градиенты и зависящие от глубины параметры материалов, в комплексную модель для расчета сдвигового напряжения. Для композитной системы цемент-горная порода сдвиговое напряжение  $\tau$  на границе раздела, вызванное дифференциальным термическим расширением, может быть представлено уравнением (4.2):

$$\tau = G \left( \frac{\Delta\alpha \cdot \Delta T}{h} \right), \quad (4.2)$$

где  $G$  – модуль сдвига цементного камня (Па), отражающий его жесткость при сдвиговой деформации;

$\Delta\alpha = \alpha_{\text{цемент}} - \alpha_{\text{порода}}$  – разница в коэффициентах термического расширения цемента и горной породы ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ );

$\Delta T$  – разница температур, испытываемая скважиной;

$h$  – расстояние, на котором происходит дифференциальное расширение (обычно толщина цементного кольца), м.

Это уравнение предполагает, что  $G$  и  $\Delta\alpha$  постоянны, но в высокотемпературных скважинах оба параметра зависят от температуры. Для расширения этой модели до формы, зависящей от глубины, вводим  $G(T(z))$ ,  $\Delta\alpha_{\text{цемент}}(T(z))$  и  $\Delta\alpha_{\text{камень}}(T(z))$ , где  $T(z)$  — температура на глубине ( $z$ ). Сначала разработаем это уравнение как функцию температуры, затем как функцию глубины, каждую отдельно, а затем объединяем полученные результаты, чтобы получить математическую модель, рассчитывающую сдвиговое напряжение как функцию температуры и глубины одновременно. Это даст детальное объяснение и лучшее понимание этой математической модели. Уравнение (4.2) можно записать как функцию температуры в виде (4.3):

$$\tau(T) = G(T) \left( \frac{\Delta\alpha \cdot \Delta T}{h} \right), \quad (4.3)$$

где

$$G(T) = G_0(1 - \alpha_G(T - T_0))$$

$$\Delta\alpha = \alpha_{\text{цемент}}(T) - \alpha_{\text{порода}}(T) \quad (4.4)$$

$$\alpha(T) = \alpha_0(1 + \beta(T - T_0))$$

$$\alpha_{\text{цемент}}(T) = \alpha_{\text{цемент},0}(1 + \beta_{\text{цемент}}(T - T_0))$$

$$\alpha_{\text{камень}}(T) = \alpha_{\text{порода},0}(1 + \beta_{\text{порода}}(T - T_0))$$

где  $\beta_{\text{цемент}}$  – температурная чувствительность коэффициента теплового расширения для цемента,  $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,

$\beta_{\text{порода}}$  – температурная чувствительность коэффициента теплового расширения для горной породы,

Таким образом, уравнение (4.4) принимает следующий вид (4.5):

$$\Delta\alpha = \alpha_{\text{цемент},0}(1 + (\beta_{\text{цемент}}(T - T_0))) - \alpha_{\text{порода},0}(1 + (\beta_{\text{порода}}(T - T_0)))$$

$$\Delta\alpha = \alpha_{\text{цемент},0} + (\alpha_{\text{цемент},0}\beta_{\text{цемент}} - \alpha_{\text{порода},0}\beta_{\text{порода}})(T - T_0) - \alpha_{\text{порода},0} \quad (4.5)$$

Стоит отметить, что значение  $\alpha_{\text{порода}}$  для окружающих пород зависит от типа породы:

- Известняк:  $\alpha_{\text{порода}} \approx 4 - 8 \times 10^{-6} \text{ 1/}^{\circ}\text{C}$ ;
- Сланец:  $\alpha_{\text{порода}} \approx 8 - 12 \times 10^{-6} \text{ 1/}^{\circ}\text{C}$ ;
- Песчаник:  $\alpha_{\text{порода}} \approx 10 - 12 \times 10^{-6} \text{ 1/}^{\circ}\text{C}$ .

Для сравнительного расчета выберем известняк и сланец как породы, значительно отличающиеся по характеристикам. Разберем пример расчета модели на примере сланца, для любых других пород порядок расчета будет идентичным [22, 105].

Коэффициент термического расширения сланца  $\Delta\alpha_{\text{сланец}}$  и его реакция на изменения температуры существенно отличаются от цемента, что критически важно для точного моделирования термических напряжений [42, 106].

Теперь, подставляя  $G(T)$  и  $\Delta\alpha(T)$  в уравнение сдвиговых напряжений (4.3):

$$\tau(T) = G_0(1 - \alpha_G(T - T_0)) \frac{(\alpha_{\text{цемент},0} - \alpha_{\text{сланец},0} + (\alpha_{\text{цемент},0}\beta_{\text{цемент}} - \alpha_{\text{сланец},0}\beta_{\text{сланец}})(T - T_0)) \cdot \Delta T}{h}$$

Таким образом, окончательный вид напряжения сдвига при температуре (Т) (4.6):

$$\tau(T) = \frac{G_0(1-\alpha_G(T-T_0))}{h} \cdot ((\alpha_{\text{цемент},0} - \alpha_{\text{сланец},0}) + (\alpha_{\text{цемент},0} \beta_{\text{цемент}} - \alpha_{\text{сланец},0} \beta_{\text{сланец}})(T - T_0)) \cdot \Delta T, \quad (4.6)$$

где « $G_0$  – начальный модуль сдвига цемента при 25°C, Па;

$\alpha_G$  – температурный коэффициент чувствительности модуля сдвига, С<sup>-1</sup>;

$\alpha_{\text{цемент},0}$  – начальный коэффициент теплового расширения цемента при 25°C, °С<sup>-1</sup>;

$\alpha_{\text{сланец},0}$  – начальный коэффициент теплового расширения сланца при 25°C, °С<sup>-1</sup>;

$\beta_{\text{сланец}}$  – температурная чувствительность коэффициента теплового расширения для сланца, °С<sup>-1</sup>;

$h$  – толщина цементной оболочки, м» [77, 125].

Если вдоль глубины скважины существует температурный градиент, то сдвиговое напряжение  $\tau$  может варьироваться в зависимости от глубины (z). Глубинно-зависимая модель (4.2) будет включать интегрирование термического деформационного параметра  $\varepsilon^{\text{th}}(z)$  через интерфейс цемент-скала (4.7):

$$\tau(z) = G \left( \frac{d}{dz} (\Delta\alpha \int_0^z \Delta T(z') dz') \right) \quad (4.7)$$

Таким образом, объединив два уравнения (4.6), (4.7):

$$\tau(z) = G(z) \left( \frac{d}{dz} (\Delta\alpha(z) \int_0^z \Delta T(z') dz') \right)$$

$$\tau(z) = G(T(z)) \left( \frac{d}{dz} (\Delta\alpha(T(z)) \int_0^z \Delta T(z') dz') \right)$$

$$\tau(z) = G_0(1 - \alpha_G(T(z) - T_0)) \cdot \frac{d}{dz} \left( (\alpha_{\text{цемент},0} + \beta_{\text{цемент}}(T(z) - T_0) - (\alpha_{\text{сланец},0} + \beta_{\text{сланец}}(T(z) - T_0))) \int_0^z \Delta T(z') dz' \right), \quad (4.8)$$

где  $G(z) = G_0(1 - \alpha_G(T(z) - T_0))$ , где  $G_0$  — начальный модуль сдвига при эталонной температуре  $T_0$ ,

$\alpha_G$  — температурный коэффициент чувствительности модуля  $G$ ,

$\Delta\alpha(z) = \alpha_{\text{цемент}}(z) - \alpha_{\text{сланец}}(z)$  отражает разницу в тепловом расширении между цементом и сланцем, которая варьируется с температурой,  $\Delta T(z)$  — температурный дифференциал по глубине ( $z$ ).

Эта формулировка позволяет учитывать глубинно-зависимую природу сдвигового напряжения, вызванного дифференциальным тепловым расширением в среде с температурным градиентом, что делает её подходящей для условий высокотемпературных скважин.

Используя температурно-зависимые выражения для каждого параметра:

Модуль сдвига  $G(z)$  для цемента:

$$G(z) = 11 \times 10^9 (1 - 0,0017 (T(z) - 25))$$

Разница в тепловом расширении  $\Delta\alpha(z)$ :

- для цемента:  $\Delta\alpha_{\text{цемент}}(z) = 10 \times 10^{-6} + 0,00035 (T(z) - 25)$

- для сланца:  $\Delta\alpha_{\text{сланец}}(z) = 5 \times 10^{-6} + 0,0002 (T(z) - 25)$

Таким образом,

$$\Delta\alpha(z) = (10 \times 10^{-6} + 0,00035 (T(z) - 25)) - (5 \times 10^{-6} + 0,0002 (T(z) - 25))$$

Подставляя эти выражения в уравнение сдвигового напряжения, зависящего от глубины, мы получаем:

$$\tau(z) = 11 \times 10^9 (1 - 0,0017 (T(z) - 25))$$

$$\cdot \frac{d}{dz} \left( (5 \times 10^{-6} + 0,00015 (T(z) - 25)) \int_0^z \Delta T(z') dz' \right) \quad (4.9)$$

Этот вывод охватывает сложное взаимодействие между температурным расширением и механическими свойствами, критически важными для устойчивости высокотемпературных скважин. Гибкость этой модели позволяет адаптировать ее для различных типов горных пород или цементных составов, что делает ее ценным инструментом для оценки устойчивости скважин. Но эта математическая модель дает значения  $\tau(z)$  в момент схватывания цементной смеси, но для более точных результатов это уравнение может быть разработано для учета изменений свойств

цемента с течением времени, и поэтому нам необходимо включить функции как для модуля сдвига  $G(T,t)$ , так и для коэффициента теплового расширения  $\alpha(T,t)$ , который изменяется со временем, в уравнение напряжения сдвига на определенной глубине  $z$  (4.8), зависящий от времени модуль сдвига выражается уравнением (4.10):

$$G(T, t) = G_0(1 - \alpha_G(T - T_0)) \cdot f(t) \quad (4.10)$$

где  $f(t)$  — функция твердения, представляющая временную зависимость увеличения модуля по мере гидратации цемента, обычно выражаемая в днях с момента смешивания.

Пример функции  $f(t)$ , отражающей увеличение прочности цемента со временем, может быть (4.11):

$$f(t) = 1 + k \ln(1 + t) \quad (4.11)$$

где  $k$  — эмпирическая константа, определяющая скорость увеличения модуля с течением времени.

Аналогично определяем коэффициент теплового расширения цемента изменяется по мере его твердения (4.12):

$$\alpha_{\text{цемент}}(T, t) = \alpha_{\text{цемент},0} + \beta_{\text{цемент}}T + g(t) \quad (4.12)$$

где  $g(t)$  — временная функция, фиксирующая влияние твердения на тепловое расширение.

Примером функции для  $g(t)$  может быть (4.13):

$$g(t) = -ce^{-\lambda t} \quad (4.13)$$

где  $c$  и  $\lambda$  — это эмпирические константы, контролирующие скорость уменьшения  $\alpha$  цемента по мере стабилизации цемента с течением времени [106, 125].

Теперь дифференциальный терморасширительный теплового расширения становится:

$$\Delta\alpha(T(z), t) = (\alpha_{\text{цемент},0} + \beta_{\text{цемент}}T(z) + g(t)) - (\alpha_{\text{сланец},0} + \beta_{\text{сланец}}T(z))$$

С учетом этих изменений уравнение напряжения сдвига принимает вид:

$$\tau(z, t) = G(T(z), t) \cdot \frac{d}{dz} \left( \Delta\alpha(T(z), t) \int_0^z \Delta T(z') dz' \right)$$

Подставляя выражения для  $G(T(z), t)$  и  $\Delta\alpha(T(z), t)$ , получаем (4.14):

$$\begin{aligned} \tau(z, t) = & (G_0(1 - \alpha_G(T - T_0)) \cdot f(t)) \\ & \cdot \frac{d}{dz} \left( (\alpha_{\text{цемент},0} + \beta_{\text{цемент}} T(z) + g(t)) \right. \\ & \left. - (\alpha_{\text{сланец},0} \beta_{\text{сланец}} T(z)) \int_0^z \Delta T(z') dz' \right) \end{aligned} \quad (4.14)$$

### Интерпретация окончательного уравнения

Эта зависящая от времени модель теперь учитывает:

Зависящий от температуры модуль сдвига  $G(T(z), t)$ : Он охватывает как температурную чувствительность, так и изменение во времени модуля сдвига из-за отверждения.

Дифференциальное тепловое расширение  $\Delta\alpha(T(z), t)$ : Этот термин отражает изменения в тепловом расширении цемента из-за как температурных, так и зависящих от времени эффектов отверждения по сравнению со сланцем.

### Требования к реализации модели

Для решения этой модели необходимы следующие данные:

Начальный модуль сдвига  $G_0$  цемента и константы  $\alpha_G$ ,  $k$  и любые другие параметры для функции  $f(t)$ .

Начальные коэффициенты теплового расширения для цемента ( $\alpha_{\text{цемент},0}$ ,  $\beta_{\text{цемент}}$ ) и сланца ( $\alpha_{\text{сланец},0}$ ,  $\beta_{\text{сланец}}$ ), а также параметры  $c$  и  $\lambda$  для  $g(t)$ .

Профиль температуры ( $z$ ) как функция глубины.

Время отверждения  $t$  (например, 7 дней, 28 дней), при котором необходимо рассчитать напряжение сдвига.

Теперь эту модель можно использовать для прогнозирования напряжения сдвига ( $z$ ) при различных временах отверждения, например, 7 или 28 дней, и для наблюдения за тем, как механические и термические свойства цемента изменяются со временем и температурой [23, 105, 106].

Применяя разработанный математический алгоритм к модели высокотемпературной скважины глубиной 6500 м и пластовой температурой 325°C и принимая переменные, показанные в таблице 4.1, которые соответствуют характеристикам тампонажного камня, полученного в нашем исследовании (Состав 1 – А15; Состав 2 – К35Г2), определены значения напряжения сдвига для температур по стволу скважины, показанные в таблице 4.2 Для анализа и оценки надежности исследованного цементного камня результаты представлены на рисунке 4.1.

Таблица 4.1 – Значения переменных, используемых при расчете  $\tau(z,t)$  (составлено автором)

Параметр	Условное обозначение	Значения для расчета		Единица измерения	Примечания
		Состав 1	Состав 2		
Начальный модуль сдвига	$G_0$	$12 \times 10^9$	$11,5 \times 10^9$	Па	На основе саудовского цемента класса G, обработанного минеральной ватой и углеродными нанотрубками
Коэффициент модуля сдвига	$\alpha_G$	$0,44 \times 10^{-3}$	$0,45 \times 10^{-3}$	°C <sup>-1</sup>	Отражает снижение модуля сдвига с температурой
Коэффициент теплового расширения для цемента при T <sub>0</sub>	$\alpha_{\text{цемент},0}$	$12 \times 10^{-6}$		°C <sup>-1</sup>	На основе исходных свойств саудовского цемента класса G
Коэффициент теплового расширения для цемента, изменяющийся в зависимости от температуры	$\beta_{\text{цемент}}$	$36 \times 10^{-6}$		°C <sup>-1</sup>	Скорость увеличения термического расширения цемента с температурой

## Продолжение таблицы 4.1

Коэффициент теплового расширения для сланца при $T_0$	$\alpha_{\text{сланец},0}$	$10 \times 10^{-6}$	$^{\circ}\text{C}^{-1}$	Основано на среднем коэффициенте теплового расширения сланца
Коэффициент теплового расширения для сланца, изменяющийся в зависимости от температуры	$\beta_{\text{сланец}}$	$30 \times 10^{-6}$	$^{\circ}\text{C}^{-1}$	Скорость увеличения термического расширения сланца с температурой
Коэффициент теплового расширения для известняка при $T_0$	$\alpha_{\text{известняк},0}$	$6 \times 10^{-6}$	$^{\circ}\text{C}^{-1}$	Основано на среднем коэффициенте теплового расширения известняка
Коэффициент теплового расширения для известняка, изменяющийся в зависимости от температуры	$\beta_{\text{известняк}}$	$18 \times 10^{-6}$	$^{\circ}\text{C}^{-1}$	Скорость увеличения термического расширения известняка с температурой
Начальная температура	$T_0$	25	$^{\circ}\text{C}$	Стандартная эталонная температура
Время	t	28	суток	Соответствует типичному периоду твердения для измерения прочности цемента

Таблица 4.2 – Результаты расчета  $\tau(z,t)$  (составлено автором)

Глубина (м)	Температура ( $^{\circ}\text{C}$ )	Напряжение сдвига $\tau(z,t)$ (МПа)			
		Состав 1		Состав 2	
		Сланец	Известняк	Сланец	Известняк
500	55	1,2	1,1	0,9	0,8
1000	90	2,5	2,3	1,8	1,6

## Продолжение таблицы 4.2

Глубина (м)	Температура (°С)	Напряжение сдвига $\tau(z,t)$ (МПа)			
		Состав 1		Состав 2	
		Сланец	Известняк	Сланец	Известняк
1500	115	3,8	3,5	2,7	6,04
2000	140	5,1	4,7	6,029	6,5
2500	170	6,4	6	6,5	7
3000	200	7,2	7	7	7,3
3500	225	7,5	7,4	7,3	7,6
4000	250	7,8	7,7	7,6	7,8
4500	265	7,9	7,8	7,8	8
5000	280	7,92	7,93	8	8,2
5500	295	7,92	8,1	8,2	8,4
6000	310	7,93	8,3	8,4	8,6
6500	325	8,01	8,5	8,6	8,8

Для сравнительного анализа результатов с целью оценки надежности цементного камня результаты представлены на рисунке 4.1.

Из рисунка 4.1а видно, что тампонажный состав с МВПУН (А15) эффективен до очень высоких температур, так как разрушение происходит на глубине 6000 метров и при температуре 310 °С для сланца, а также на глубине 5000 метров при температуре 280 °С для известняка, когда значение сдвигового напряжения ( $\tau(z,t)$ ) становится равным адгезионной прочности цемента( $\tau$ ). При проведении расчета для песчаника глубины стабильности тампонажного камня окажутся ещё больше.

В то время как второй состав с наноглиной (К35Г2), показанный на рисунке 4.1 б, остаётся эффективным только до глубины 2000 метров и температуры 140 °С для сланца, а для известняка – не более, чем 1500 метров и температуры 115 °С, так как в этих условиях адгезионная прочность цемента остаётся выше прочности на сдвиг, но при более высоких температурах разрушение происходит со 100 % вероятностью, что означает, что первый состав обеспечивает стабильное и успешное цементирование скважин при высоких температурах. Второй состав также имеет возможность применения, но ограниченного небольшими глубинами и условиями повышенных, но не высоких температур (выше 100°С, но не более 140°С).

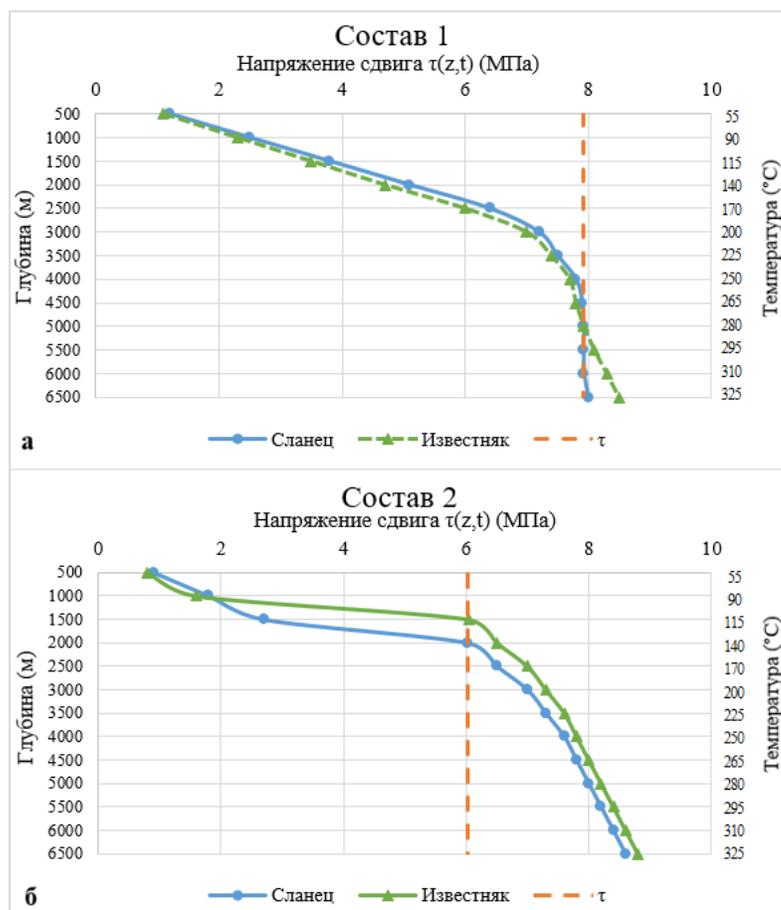


Рисунок 4.1 – Напряжение сдвига в зависимости от изменения температуры с глубиной: а) МВПУН, б) наноглина (составлено автором)

## 4.2 Выводы по Главе 4

1. Разработан алгоритм расчета напряжения сдвига тампонажного камня в зависимости от температуры и глубины скважины, с учётом прочностных свойств окружающих горных пород.
2. Результаты расчета по разработанной модели показали возможность использования разработанных тампонажных композиций при пластовых температурах до  $310^{\circ}\text{C}$  с учётом прочностных свойств окружающих горных пород и изменения прочностных характеристик цементного камня во времени.

## ГЛАВА 5 ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА РАЗРАБОТАННЫХ СОСТАВОВ

### 5.1 Экономическая оценка разработанных тампонажных составов

Экономическая целесообразность каждой из исследованных добавок оценивается сравнением затрат, связанных с приготовлением одного кубического метра базового цементного состава и улучшенного с использованием МВПУН и наноглины, а также оценки стоимости состава по сравнению со стоимостью базового состава и прочностью на сжатие при 300°С, в дополнение к оценке стоимости состава и кривые проницаемости через 28 дней в сравнении с критериями отбора с целью определения наилучших и наиболее экономичных концентраций материалов, используемых при приготовлении цементной смеси, что снижает затраты на техническое обслуживание и оправдывает первоначальные инвестиции в эти передовые материалы [55, 106].

Стоимости приготовления 1 м<sup>3</sup> тампонажных растворов (базовый - МВПУН - наноглина) приведены в таблицах 5.1, 5.2 и 5.3 соответственно.

Таблица 5.1 – Стоимости приготовления 1 м<sup>3</sup> базового раствора (составлено автором)

Наименование компонента	Расход материала на приготовление образца раствора, г	Объем, см <sup>3</sup>	Цена за 1 кг компонента, руб.	Стоимость приготовленного образца раствора, руб.
Саудовский цемент класса G	500	158,7	15,98	7,99
Суперпластификатор С-3	4	2,4	120	0,48
Деионизированная вода	220	220,0	0,0077	0,002
<b>Всего в образце раствора</b>	<b>724</b>	<b>381,1</b>	-	<b>8,47</b>
<b>Итого стоимость за 1 м<sup>3</sup>, руб</b>				<b>22 227,26</b>

Таблица 5.2 – Стоимости приготовления 1 м<sup>3</sup> раствора с (МВПУН) (составлено автором)

Наименование реагента	Расход материала на приготовление образца раствора, г	Объем, см <sup>3</sup>	Цена за 1 кг компонента, руб.	Стоимость приготовленного образца раствора, руб.
Саудовский цемент класса G	500	158,7	15,98	7,99
МВПУН	1,25	138,3	8846	11,06
Суперпластификатор С-3	4	2,4	120	0,48
Деионизированная вода	221	221	0,0077	0,0017
<b>Всего в образце раствора</b>	<b>726,25</b>	<b>520,4</b>	<b>-</b>	<b>19,5292</b>
<b>Итого стоимость за 1 м<sup>3</sup>, руб</b>				<b>37522,01</b>

Таблица 5.3 – Стоимости приготовления 1 м<sup>3</sup> раствора с наноглиной (составлено автором)

Наименование реагента	Расход материала на приготовление образца раствора, г	Объем, см <sup>3</sup>	Цена за 1 кг компонента, руб.	Стоимость приготовленного образца раствора, руб.
Саудовский цемент класса G	500	158,7	15,98	7,99
Кварцевая мука	175	66,3	144	25,20
Суперпластификатор С-3	4	2,4	120	0,48
Наноглина	20	10,1	220,75	4,42
Деионизированная вода	306	306	0,0077	0,0024
<b>Всего в образце раствора</b>	<b>1005</b>	<b>543,5</b>	<b>-</b>	<b>70,0742</b>
<b>Итого стоимость за 1 м<sup>3</sup>, руб</b>				<b>70074,23</b>

В таблицах 5.4, 5.5 показаны экономические различия и влияние добавок на прочность при сжатии и проницаемость между каждым из разработанных цементных составах и базовым цементным составом.

Таблица 5.4 – Сравнение экономической эффективности приготовления 1 м<sup>3</sup> раствора с использованием (МВПУН) с базовым составом (составлено автором)

Состав	Цена 1 м <sup>3</sup> раствора	% по сравнению с базовым составом	Темп роста цены	% прочности по сравнению с базовым составом	% проницаемости по сравнению с базовым составом
A0	22227,26	100	-	-74	-87
A5	26132,64	118	17,57 %	22	23
A10	29542,93	133	13,05 %	29	30
A15	32546,65	146	10,17 %	48	33
A20	35212,42	158	8,19 %	-15	-53
A25	37522,02	169	6,56 %	-21	-77

Таблица 5.5 – Сравнение экономической эффективности приготовления 1 м<sup>3</sup> раствора с использованием наноглины с базовым составом с базовым составом (составлено автором)

Состав	Цена 1 м <sup>3</sup> раствора	% по сравнению с базовым составом	Темп роста цены	% прочности по сравнению с базовым составом	% проницаемости по сравнению с базовым составом
K0Г0	22227,26	100		-74	-87
K35Г0	64207,68	289	188,87 %	10	17
K35Г1	65745,08	296	2,39 %	18	30
K35Г2	67256,39	303	2,30 %	24	33
K35Г3	68614,76	309	2,02 %	44	23
K35Г4	70074,23	315	2,13 %	-19	-80

Экономическую обоснованность таблиц 5.4, 5.5 можно выразить через рисунок 5.1, так как он объединяет кривые оценки стоимости составов по сравнению со стоимостью основного раствора и прочностью на сжатие при 300°С, а также кривые для оценка стоимости композиций и проницаемости через 28 дней по сравнению с критериями выбора.

В целом на рисунке 5.1 представлены ключевые преимущества каждой из исследуемых добавок, при этом наноглина характеризуется сбалансированным эффектом, значительно повышая прочностные показатели на сжатие, так и снижения проницаемости при относительно меньших затратах.

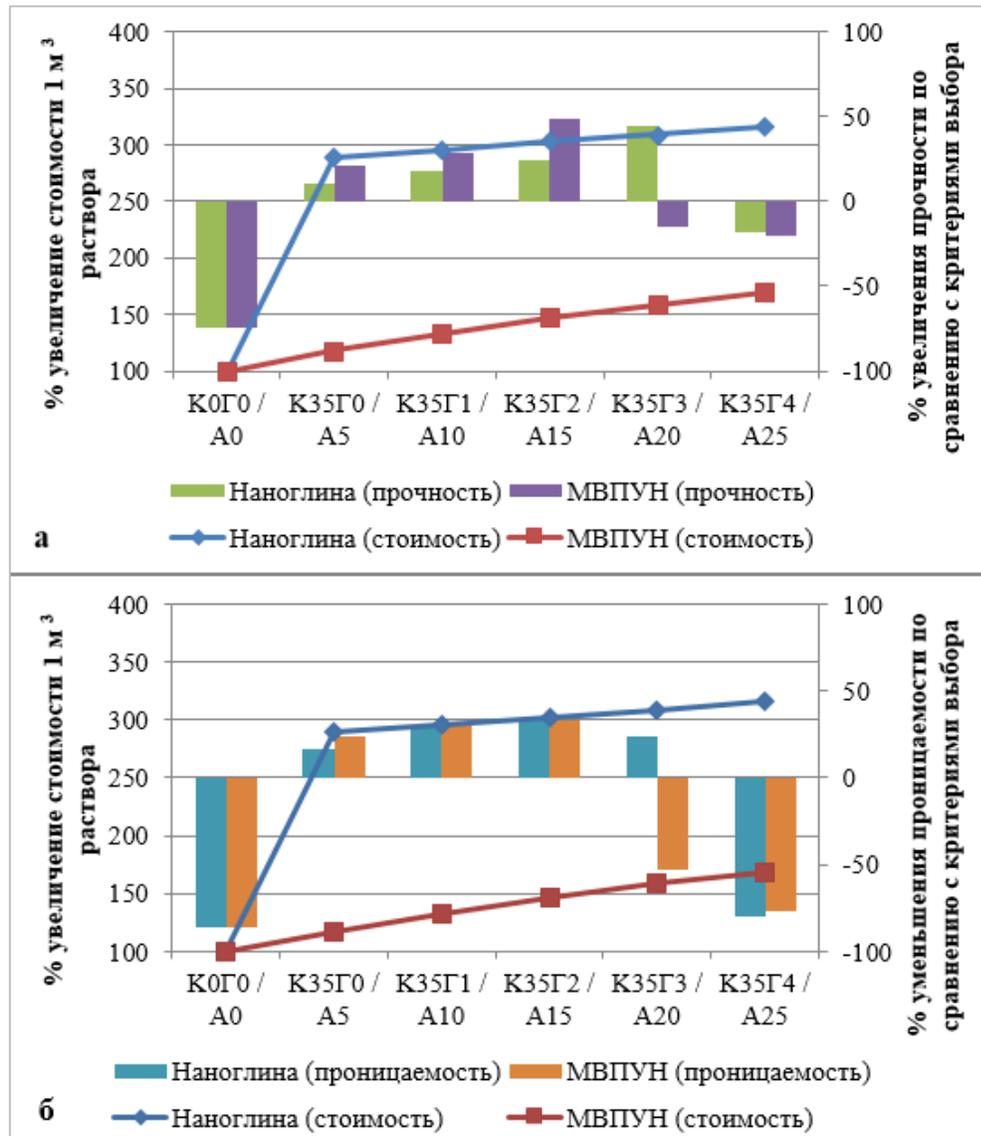


Рисунок 5.1 – Сопоставление стоимости растворов с технологическими свойствами составов через 28 суток в зависимости от концентрации добавок: а) увеличение прочности на сжатие при температуре 300°С; б) снижение проницаемости (составлено автором)

Это делает его очень экономически эффективной добавкой для улучшения характеристик цемента в высокотемпературных скважинах, в то время как МВПУН обеспечивает значительные преимущества в производительности, особенно в области контроля прочности и проницаемости, но за более высокую цену. Хотя МВПУН важен для производительности, он может быть более подходящим в сценариях, где бюджетные ограничения менее важны.

Анализ полученной информации показывает, что концентрации 0,05–0,1 % МВПУН достаточны для обеспечения наиболее практичного баланса между стоимостью и производительностью. Однако если скорректировать критерии выбора, можно выбрать концентрацию 0,15 % для достижения максимальной прочности цементного камня. Аналогично для составов с кварцевой мукой и наноглиной можно использовать до 3 %, при этом достаточно 1–2 % [105, 106].

## **5.2 Выводы по Главе 5**

1. Стоимость разработанных тампонажных растворов по сравнению с базовым составом достаточно высокая, что показывает нецелесообразность цементирования всего интервала скважины, поскольку повлечет значительные расходы. Однако для повышения эффективности крепления в отдельных интервалах заменой части объема цемента на разработанные составы может быть технологически оправдано в долгосрочной перспективе.

2. При увеличении концентрации добавок и равномерном удорожании составов технологический эффект обеспечивается в оптимальных технологических диапазонах концентраций добавок. Однако в соответствии с ранее указанными критериями (прочность при сжатии не менее 40 МПа и проницаемость не более 0,003 мД) результат достигается в более широком диапазоне концентраций. Поэтому для практического применения будут достаточны минимальные концентрации, при которых достигается положительный эффект.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе содержится решение актуальной научно-технической задачи повышения качества цементирования нефтяных и газовых скважин при высоких температурах за счёт оптимизации рецептур цементных систем с нанодобавками, обеспечивающими улучшенные механические характеристики цементного камня.

По результатам проведённых исследований сделаны следующие выводы:

1. Теоретически обосновано и экспериментально подтверждено, что использование нанодобавок в оптимальных концентрациях значительно улучшает свойства вяжущих материалов, что открывает перспективы их применения в строительстве и цементировании нефтегазовых скважин.

2. Разработаны составы тампонажных растворов, обеспечивающих формирование цементного камня с низкой проницаемостью и высокими прочностными и адгезионными характеристиками за счет синергетического эффекта от сочетания наноматериалов с волокнами минеральной ваты. Установлено, что добавление всего 0,1 % МВПУН (0,075 % минеральной ваты и 0,025 % углеродных нанотрубок) обеспечивает аналогичный эффект повышения прочности цементного камня, что и добавление 1 % наноглины. По сравнению с предыдущими исследованиями, в которых применялись углеродные нанотрубки без использования минеральной ваты, установлено, что прочностные характеристики модифицированного цементного камня при более низкой концентрации добавок существенно выше, что служит дополнительным подтверждением синергетического взаимодействия.

3. Разработан алгоритм расчёта напряжений сдвига цементного камня в зависимости от температуры и глубины скважины с учётом прочностных характеристик вмещающих пород. Расчёты, выполненные по предложенной модели, показали возможность применения разработанных цементных композиций при

пластовых температурах до 310°C с учётом прочности окружающих пород и изменения прочностных характеристик цементного камня во времени.

4. Проведённая экономическая оценка показала, что оптимальной с точки зрения баланса «затраты – прочность» является использование МВПУН в концентрации 0,05-0,1 %. Однако при изменении критериев отбора возможно применение концентрации 0,15 % для достижения максимальной прочности цементного камня. Для составов с кварцевой мукой и наноглиной установлено, что их эффективное содержание может составлять до 3 %, при этом концентрации 1-2 % являются оптимальными.

Разработанные рецептуры цементных систем обеспечивают значительное повышение механических характеристик цементного камня в условиях высоких температур, характерных для нефтяных и газовых скважин. Использование МВПУН и наноглины в оптимальных концентрациях существенно увеличивает прочность на сжатие и растяжение, а также снижает проницаемость, что делает их перспективными добавками для современных цементных материалов.

В качестве перспективных направлений дальнейших исследований можно рассматривать усовершенствование разработанных цементных составов, а также углублённое изучение их долгосрочной эффективности в различных эксплуатационных условиях, в том числе при строительстве наклонно направленных скважин.

**СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ**

ВДВТ – высокое давление и высокая температура.

API/ АНИ – Американский нефтяной институт.

НД – нанодобавки.

АНПД – аномально-низкого пластового давления.

ПВП – поливинилпирролидон.

МВПУН – минеральная вата, пропитанная углеродными нанотрубками.

УНТ – углеродные нанотрубки.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Абдуллаев, А.А. Применение нанотехнологий в цементировании нефтяных и газовых скважин / А.А. Абдуллаев, И. В. Петров // Нефтегазовое дело. — 2020. — № 3. — С. 45–50.
2. Агзамов, Ф.А. Влияние фиброармирования на свойства тампонажных материалов / Ф.А. Агзамов, М.А. Тихонов, Н.Х. Каримов // Территория нефтегаз. — 2013. — № 4. — С. 26-31.
3. Андреев, К.С. Исследование влияния нано-добавок на прочностные характеристики тампонажных растворов / К.С. Андреев, М.Н. Сидоров // Нефтяное хозяйство. — 2021. — № 5. — С. 28–32.
4. Белов, Д.И. Нанотехнологии в процессе цементирования скважин: перспективы и вызовы / Д.И. Белов, А.В. Смирнов // Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений. — 2020. — № 11. — С. 22–27.
5. Борисов, Е.П. Влияние наноразмерных добавок на реологические свойства тампонажных растворов / Е.П. Борисов, Л.А. Кузнецова // Нефтегазовая геология и геофизика. — 2018. — № 9. — С. 41–46.
6. Васильев, М.Г. Применение наноматериалов для улучшения адгезии цементного камня к обсадной колонне / М.Г. Васильев, Н.И. Николаев // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и на море. — 2019. — № 4. — С. 15–19.
7. Гаврилов, П.Н. Исследование термической стабильности цементных растворов с нано-добавками / П.Н. Гаврилов, О.В. Михайлова // Нефтегазовые технологии. — 2020. — № 6. — С. 55–60.
8. Григорьев, А.В. Влияние наночастиц диоксида кремния на свойства тампонажных растворов / А.В. Григорьев, И.С. Петрова // Нефтяное хозяйство. — 2018. — № 12. — С. 33–37.
9. Двойников, М.В. Разработка вязкоупругих систем и технологии изоляции водоносных горизонтов с аномальными пластовыми давлениями при бурении

нефтегазовых скважин / М.В. Двойников, В.Н. Кучин, М.Ш. Минцаев // Записки Горного института. – 2021. – Т.247. - С.1-9. DOI: 10.31897/PMI.2021.1.7.

10. Егоров, В.П. Нанотехнологии в повышении качества цементирования скважин / В.П. Егоров, А.С. Иванов // Нефтегазовое дело. — 2019. — № 1. — С. 47–52.

11. Живаева, В.В. Методика определения факторов, влияющих на прочность адгезионной связи цементного камня с обсадной колонной / В.В. Живаева // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и море. – 2010. – № 5. – С. 36–38.

12. Зайцев, А.Л. Применение наноцеолитов в цементировании скважин при высоких температурах / А.Л. Зайцев, И.В. Смирнова // Нефтегазовые технологии. — 2019. — № 5. — С. 38–43.

13. Иванов, С.П. Влияние наноразмерных добавок на реологические свойства тампонажных растворов / С.П. Иванов, Л.А. Кузнецова // Нефтегазовая геология и геофизика. — 2018. — № 9. — С. 41–46.

14. Казаков, И.Н. Нанотехнологии в процессе цементирования скважин: перспективы и вызовы / И.Н. Казаков, А.В. Смирнов // Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений. — 2020. — № 11. — С. 22–27.

15. Кириллов, П.А. Исследование термической стабильности цементных растворов с нано-добавками / П.А. Кириллов, О.В. Михайлова // Нефтегазовые технологии. — 2020. — № 6. — С. 55–60.

16. Козлов, Д.В. Влияние наночастиц диоксида кремния на свойства тампонажных растворов / Д.В. Козлов, И.С. Петрова // Нефтяное хозяйство. — 2018. — № 12. — С. 33–37.

17. Кузнецов, А.С. Модификация цементных растворов нано-добавками для условий высоких температур / А.С. Кузнецов, Е.В. Кузьмин // Бурение и нефть. — 2021. — № 2. — С. 29–34.

18. Лебедев, В.И. Нанотехнологии в повышении качества цементирования

скважин / В.И. Лебедев, А.С. Иванов // Нефтегазовое дело. — 2019. — № 1. — С. 47–52.

19. Морозов, А.В. Исследование влияния нано-добавок на прочностные характеристики цементного камня / А.В. Морозов, Н.И. Николаев // Нефтяное хозяйство. — 2020. — № 8. — С. 21–25.

20. Николаев, Н.И. Результаты исследования зоны контакта «цементный камень – горная порода» / Н.И. Николаев, Л. Хаоя // Записки Горного института. – 2017. - № 226. – С. 428 – 434. – DOI: 10.25515/PM1.2017.4.428.

21. Николаев, Н.И. Современные технологии бурения и крепления скважин при разведке газовых гидратов / Н.И. Николаев, Л. Тяньлэ // Записки Горного института. – 2016. - № 218. – С. 206-214.

22. Николаев, Н.И. Тампонажные составы пониженной плотности для цементирования скважин в условиях аномально низких пластовых давлений / Н.И. Николаев, Е.Л. Леушева // Записки Горного института. – 2019. - № 236. – С. 194-200. – DOI: 10.31897/PЖ2019.2.194.

23. Нуцкова, М.В. Обзор проблем крепления скважин и применяемых тампонажных материалов / М.В. Нуцкова, **М. Алхаззаа** // Деловой журнал Neftegaz.RU. – 2023. – № 11(143). – С. 90-95.

24. Нуцкова, М.В. Разработка тампонажных растворов с добавками частиц наноглины для строительства нефтяных скважин в условиях повышенных температур / М.В. Нуцкова, **М. Алхаззаа** // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2024. – Т. 335, № 8. – С. 7-17. – DOI: 10.18799/24131830/2024/8/4244.

25. Нуцкова, М.В. Патент № 2808959 Российская Федерация, СПК С09К 8/467 (2023.08); E21В 33/138 (2023.08); С04В 28/02 (2023.08); С04В 14/06 (2023.08); С04В 24/24 (2023.08); С04В 2111/20 (2023.08); С04В 2103/32 (2023.08). Тампонажный состав. Заявка № 2023123861 : заявл. 15.09.2023 : опубл. 05.12.2023 / М.В. Нуцкова, **М. Алхаззаа**, А.В. Учитель; заявитель/патентообладатель федеральное

государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II». – 11 с.

26. Нуцкова, М.В. Патент № 2810354 Российская Федерация, СПК С09К 8/467 (2006.01), СПК С04В 28/04 (2023.08). Тампонажный состав. Заявка № 2023115512 : заявл. 14.06.2023 : опубл. 27.12.2023 / М.В. Нуцкова, **М. Алхаззаа**; заявитель/патентообладатель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II». – 9 с.

27. Нуцкова, М.В. Патент № 2833994 Российская Федерация, СПК С09К 8/467 (2024.08). Тампонажный состав. Заявка № 2024108970 : заявл. 04.04.2024 : опубл. 03.02.2025 / М.В. Нуцкова, **М. Алхаззаа** ; заявитель/патентообладатель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II». – 9 с.

28. Орлов, П.С. Влияние наноразмерных добавок на свойства тампонажных растворов при высоких температурах / П.С. Орлов, И.В. Смирнова // Нефтегазовые технологии. — 2021. — № 7. — С. 44–49.

29. Потапов, В.В. Результаты испытаний экспериментальных составов мелкозернистого бетона с добавлением нанокремнезема и микрокремнезема / В.В. Потапов, Д.С. Горев // Современные наукоемкие технологии. – 2019. – № 3. – Ч.2. – С. 232-238.

30. Романов, К.В. Нанотехнологии в повышении качества цементирования скважин / К.В. Романов, А.С. Иванов // Нефтегазовое дело. — 2019. — № 1. — С. 47–52.

31. Савенок, О.В. Анализ влияния коэффициента аномально высокого пластового давления на разработку нефтегазовых месторождений / О.В. Савенок, А.Н. Горпинченко // Наука. Техника. Технологии. - 2022. - № 2. - С. 141-154.

32. Смирнов, А.В. Нанотехнологии в процессе цементирования скважин: перспективы и вызовы / А.В. Смирнов, И.Н. Казаков // Геология, геофизика и

разработка нефтяных и газовых месторождений. — 2020. — № 11. — С. 22–27.

33. Смирнова, И.В. Применение наноцеолитов в цементировании скважин при высоких температурах / И.В. Смирнова, А.Л. Зайцев // Нефтегазовые технологии. — 2019. — № 5. — С. 38–43.

34. Табатабаи Моради, С.Ш. Анализ моющих свойств буферных жидкостей при цементировании обсадных колонн / С.Ш. Табатабаи Моради, Н.И. Николаев // Научные технологии в решении проблем нефтегазового комплекса: Тезисы докладов Международной молодежной конференции: – Уфа, 2014. – С. 164-167.

35. Табатабаи Моради, С.Ш. Обоснование и разработка составов технологических жидкостей для крепления наклонно направленных скважин в условиях высоких давлений и температур / С.Ш. Моради Табатабаи // диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Санкт-Петербург, 2018.

36. Федоров, А.П. Влияние наночастиц диоксида кремния на свойства тампонажных растворов / А.П. Федоров, И.С. Петрова // Нефтяное хозяйство. — 2018. — № 12. — С. 33–37.

37. Харитонов, Е.В. Модификация цементных растворов нано-добавками для условий высоких температур / Е.В. Харитонов, Е.В. Кузьмин // Бурение и нефть. — 2021. — № 2. — С. 29–34.

38. Цветков, П.Н. Нанотехнологии в повышении качества цементировании скважин / П.Н. Цветков, А.С. Иванов // Нефтегазовое дело. — 2019. — № 1. — С. 47–52.

39. Шестаков, А.Л. Применение наноцеолитов в цементировании скважин при высоких температурах / А.Л. Шестаков, И.В. Смирнова // Нефтегазовые технологии. — 2019. — № 5. — С. 38–43.

40. Щербаков, С.П. Влияние наноразмерных добавок на реологические свойства тампонажных растворов / С.П. Щербаков, Л.А. Кузнецова // Нефтегазовая геология и геофизика. — 2018. — № 9. — С. 41–46.

41. Эльдаров, В.П. Нанотехнологии в процессе цементировании скважин:

перспективы и вызовы / В.П. Эльдаров, А.В. Смирнов // Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений. — 2020. — № 11. — С. 22–27.

42. Юдин, Д.И. Исследование термической стабильности цементных растворов с нано-добавками / Д.И. Юдин, О.В. Михайлова // Нефтегазовые технологии. — 2020. — № 6. — С. 55–60.

43. Яковлев, Е.П. Влияние наночастиц диоксида кремния на свойства тампонажных растворов / Е.П. Яковлев, И.С. Петрова // Нефтяное хозяйство. — 2018. — № 12. — С. 33–37.

44. Якубов, Р.А. Модификация цементных растворов нано-добавками для условий высоких температур / Р.А. Якубов, Е.В. Кузьмин // Бурение и нефть. — 2021. — № 2. — С. 29–34.

45. Яценко, Л.В. Нанотехнологии в повышении качества цементирования скважин / Л.В. Яценко, А.С. Иванов // Нефтегазовое дело. — 2019. — № 1. — С. 47–52.

46. Ahmed, H. Enhancing the Durability of Cement in High-Temperature Environments / H. Ahmed, R. Patel, R. Kumar // Construction and Building Materials. — 2017. — Vol. 150. — P. 645–654. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2017.06.031.

47. Ahmadi, S. Optimization of the Corrosion Inhibition Performance of 2-Mercaptobenzothiazole for Carbon Steel in HCl Media Using Response Surface Methodology / S. Ahmadi, A. Khormali // Fuel. — 2024. — Vol. 357. — P. 129783. DOI: 10.1016/j.fuel.2023.129783.

48. API Recommended Practice 10B-2. Recommended Practice for Testing Well Cements / American Petroleum Institute. — 2nd ed. — Washington: American Petroleum Institute, 2013.

49. ASTM D 3967-08. Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Intact Rock Core Specimens / ASTM International. — West Conshohocken: ASTM International, 2008.

50. Awoyera? P.O. Thermal Insulation and Mechanical Characteristics of Cement

Mortar Reinforced with Mineral Wool and Rice Straw Fibers / P.O. Awoyera, A.D. Akinrinade, A.G. Galdino, F. Althoey, M.S. Kirgiz, B.A. Tayeh // Journal of Building Engineering. – 2022. – Vol. 53. – P. 104568. DOI: 10.1016/j.job.2022.104568

51. Awoyera/ P.O. Development of Fibre-Reinforced Cementitious Mortar with Mineral Wool and Coconut Fibre / P.O. Awoyera, O.L. Odutuga, J.U. Effiong, A.D.J.S. Sarmiento, S.J. Mortazavi, J.W. Hu // Materials. – 2022. – Vol. 15, № 13. – P. 4520. DOI: 10.1016/j.job.2022.104568

52. Bahafid, S. Effect of the Hydration Temperature on the Pore Structure of Cement Paste: Experimental Investigation and Micromechanical Modelling / S. Bahafid, S. Ghabezloo, P. Faure, M. Duc, J. Sulem // Cement and Concrete Research. – 2018. – Vol. 111. – P. 1–14. DOI: 10.1016/j.cemconres.2018.06.014

53. Balamuralikrishnan, R. Seismic Upgradation of RC Beams Strengthened with Externally Bonded Spent Catalyst Based Ferrocement Laminates / R. Balamuralikrishnan, A.S.H. Al-Mawaali, M.Y.Y. Al-Yaarubi, B.B. Al-Mukhaini, A. Kaleem // HighTech and Innovation Journal. – 2023. – Vol. 4, № 1. – P. 189–209. DOI: 10.28991/HIJ-2023-04-01-013

54. Blinov, P.A. Evaluation of Strength Properties of Cement Containing NaCl in Mixing Water for Cementing Wells in Halite Strata / P.A. Blinov, A.V. Shansherov, I.M. Lobachev, A.R. Volkov // International Journal of Engineering. – 2024. – Vol. 37, № 10. – P. 2109–2115. DOI: 10.5829/ije.2024.37.10a.21

55. Chen, J. The Economic Feasibility of Nanomaterial-Enhanced Cements for Oil Well Applications / J. Chen, S. Wang, Q. Li // Journal of Petroleum Science and Engineering. – 2019. – Vol. 175. – P. 690–702. DOI: 10.1016/j.petrol.2018.12.034.

56. Choupani, M.A. Study on Attapulgite as Drilling Fluid Clay Additive in Persian Gulf Seawater / M.A. Choupani, S.S. Tabatabaee Moradi, S.A. Tabatabaei Nejad // International Journal of Engineering, Transactions B: Applications. – 2022. – Vol. 35, № 3. – P. 587–595. DOI: 10.5829/IJE.2022.35.03C.12

57. Costa, B.L.S. Silica Content Influence on Cement Compressive Strength in Wells

Subjected to Steam Injection / B.L.S. Costa, G.G. Souza, J.C.O. Freitas, R.G.S. Araujo, P.H.S. Santos // Journal of Petroleum Science and Engineering. – 2017. – Vol. 158. – P. 626–633. DOI: 10.1016/j.petrol.2017.09.006

58. Curtis, C. Heavy-Oil Reservoirs / C. Curtis, R. Kopper, E. Decoster, A. Guzman-Garcia, C. Huggins, L. Knauer, M. Minner, N. Kupsch, L. Linares, H. Rough, M. Waite // Oilfield Review. – 2002. – Vol. 14, № 3. – P. 30–51.

59. Dvoynikov, M.V. Analysis of Methodology for Selecting Rheological Model of Cement Slurry for Determining Technological Parameters of Well Casing / M.V. Dvoynikov, V.I. Nikitin, A.I. Kopteva // International Journal of Engineering. – 2024. – Vol. 37, № 10. – P. 2042–2050. DOI: 10.5829/ije.2024.37.10a.15

60. Dvoynikov, M.V. Developments Made in the Field of Drilling Fluids by Saint Petersburg Mining University / M.V. Dvoynikov, M.V. Nutskova, P.A. Blinov // International Journal of Engineering, Transactions A: Basics. – 2020. – Vol. 33, № 4. – P. 702–711. DOI: 10.5829/IJE.2020.33.04A.22

61. Dvoynikov, M.V. Development of Hydraulic Turbodrills for Deep Well Drilling / M.V. Dvoynikov, D.I. Sidorkin, A.A. Kunshin, D.A. Kovalev // Applied Sciences (Switzerland). – 2021. – Vol. 11, № 16. – P. 7517. DOI: 10.3390/app11167517

62. Dvoynikov, M.V. Development of Viscoelastic Systems and Technologies for Isolating Water-Bearing Horizons with Abnormal Formation Pressures During Oil and Gas Wells Drilling / M.V. Dvoynikov, V.N. Kuchin, M.S. Mintshev // Journal of Mining Institute. – 2021. – Vol. 247, № 1. – P. 57–65. DOI: 10.31897/PMI.2021.1.7

63. El-Gamal, S.M.A. Ceramic Waste as an Efficient Material for Enhancing the Fire Resistance and Mechanical Properties of Hardened Portland Cement Pastes / S.M.A. El-Gamal, F.I. El-Hosiny, M.S. Amin, D.G. Sayed // Construction and Building Materials. – 2017. – Vol. 154. – P. 1062–1078. DOI: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.08.040

64. Ermolovich, E.A. Directional Changes in the Properties of Hardening Filling Mass Through the Application of Nanotechnology / E.A. Ermolovich, A.N. Lirilov, O.V. Ermolovich // Mining Informational and Analytical Bulletin. – 2015. – Vol. 8. – P. 21–25.

DOI: 10.12345/mineinfobull.2015.08.21

65. Fantilli, A.P. The Use of Wool as Fiber-Reinforcement in Cement-Based Mortar / A.P. Fantilli, S. Sicardi, F. Dotti // Construction and Building Materials. – 2017. – Vol. 139. – P. 562–569. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2016.10.096

66. Gerasimov, A.M. Use of Clay-Containing Waste as Pozzolanic Additives / A.M. Gerasimov, I.D. Ustinov, O.V. Zyryanova // Journal of Mining Institute. – 2023. – Vol. 260. – P. 313–320. DOI: 10.31897/PMI.2023.33

67. Gutiérrez-Orrego, D.A. Alkali-Activated Hybrid Cement from Mineral Wool Fiber Waste and OPC / D.A. Gutiérrez-Orrego, M.A. Gómez-Botero, E.F. García // Buildings. – 2023. – Vol. 13, № 2. – P. 354. DOI: 10.3390/buildings13020354

68. Hakamy, A. Characteristics of Hemp Fabric Reinforced Nanoclay-Cement Nanocomposites / A. Hakamy, F.U.A. Shaikh, I.M. Low // Cement and Concrete Composites. – 2014. – Vol. 50. – P. 27–35. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2014.03.002

69. Hakamy, A. Characteristics of Nanoclay and Calcined Nanoclay-Cement Nanocomposites / A. Hakamy, F.U.A. Shaikh, I.M. Low // Composites Part B: Engineering. – 2015. – Vol. 78. – P. 174–184. DOI: 10.1016/j.compositesb.2015.03.074

70. Huang, S. A New Model for Optimal Mechanical and Thermal Performance of Cement-Based Partition Wall / S. Huang, M. Hu, Y. Huang, N. Cui, W. Wang // Materials. – 2018. – Vol. 11, № 4. – P. 615. DOI: 10.3390/ma11040615

71. Ichim, A. Investigations on the Surface Well Cement Integrity Induced by Thermal Cycles Considering an Improved Overall Transfer Coefficient / A. Ichim, H.C. Teodoriu // Journal of Petroleum Science and Engineering. – 2017. – Vol. 154. – P. 479–487. DOI: 10.1016/j.petrol.2017.03.032

72. ISO 10426-2:2003. Cements and Materials for Well Cementing—Part 2: Testing of Well Cements / International Organization for Standardization. – London: British Standards Institution, 2003.

73. Iverson, B. Strength Retrogression in Cements Under High-Temperature Conditions / B. Iverson, J. Maxson, D. Bour // Thirty-Fifth Workshop on Geothermal

Reservoir Engineering. – 2010.

74. Jasim, A.M.D.A. An Evaluative Review of Recycled Waste Material Utilization in High-Performance Concrete / A.M.D.A. Jasim, L.S. Wong, S.Y. Kong, A.W. Al-Zand, M.A.K. Midhin // *Civil Engineering Journal (Iran)*. – 2023. – Vol. 9, № 11. – P. 2927–2957. DOI: 10.28991/CEJ-2023-09-11-020

75. Jerônimo, V.A. Influence of Concrete Admixture on the Bond Strength of Reinforced Concrete Submitted to High Temperature / V.A. Jerônimo, A.C. Piccinini, B.V. Silva, D.S.S. Godinho, A.M. Bernardin, A. Vargas // *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*. – 2020. – Vol. 13, № 2. – P. 212–221. DOI: 10.1590/s1983-41952020000200003

76. Jiang, L. Nanoclay in Cement Composites: Influence on Mechanical Properties and Thermal Stability / L. Jiang, X. Luo, Y. Zhao // *Composites Part B: Engineering*. – 2019. – Vol. 162. – P. 655–664. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.01.080.

77. Kadochnikov, V.G. Development of Technology for Hydromechanical Breakdown of Mud Plugs and Improvement of Well Cleaning by Controlled Buckling of the Drill String / V.G. Kadochnikov, M.V. Dvoynikov // *Applied Sciences (Switzerland)*. – 2022. – Vol. 12, № 13. – P. 6460. DOI: 10.3390/app12136460

78. Kang, S.H. Microstructural Investigation of Heat-Treated Ultra-High Performance Concrete for Optimum Production / S.H. Kang, J.H. Lee, S.G. Hong, J. Moon // *Materials*. – 2017. – Vol. 10, № 9. – P. 1106. DOI: 10.3390/ma10091106

79. Karim, M.R. Effect of Elevated Temperatures on Compressive Strength and Microstructure of Cement Paste Containing Palm Oil Clinker Powder / M.R. Karim, F.I. Chowdhury, H. Zabed, M.R. Saidur // *Construction and Building Materials*. – 2018. – Vol. 183. – P. 376–383. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2018.06.147

80. Khan, A. Influence of Nanoclay on the Mechanical and Durability Properties of Cementitious Materials / A. Khan, M. Nadeem, R. Ullah // *Journal of Building Engineering*. – 2021. – Vol. 43. – P. 102867. DOI: 10.1016/j.jobbe.2021.102867.

81. Khormali, A. Experimental and Modeling Analysis on the Performance of 2-Mercaptobenzimidazole Corrosion Inhibitor in Hydrochloric Acid Solution During

Acidizing in the Petroleum Industry / A. Khormali, S. Ahmadi // Journal of Petroleum Exploration and Production Technology. – 2023. – Vol. 13, № 11. – P. 2217–2235. DOI: 10.1007/s13202-023-01574-5

82. Konsta-Gdoutos, M.S. Multi-Scale Mechanical and Fracture Characteristics of Hybrid CNT/Fiber-Reinforced Cement-Based Materials / M.S. Konsta-Gdoutos, Z.S. Metaxa, S.P. Shah // Cement and Concrete Composites. – 2010. – Vol. 32, № 2. – P. 110–115. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2009.11.003.

83. Kovalchuk, V.S. Carbon Additives for High-Quality Well Cementing / V.S. Kovalchuk, N.I. Nikolaev // IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. – 2021. – Vol. 677, № 5. – P. 052035. DOI: 10.1088/1755-1315/677/5/052035

84. Kunshin, A. Development of Monitoring and Forecasting Technology Energy Efficiency of Well Drilling Using Mechanical Specific Energy / A. Kunshin, M. Dvoynikov, E. Timashev, V. Starikov // Energies. – 2022. – Vol. 15, № 19. – P. 7408. DOI: 10.3390/en15197408

85. Lavrik, A. Thermal Stabilization of Permafrost Using Thermal Coils Inside Foundation Piles / A. Lavrik, G. Buslaev, M. Dvoynikov // Civil Engineering Journal (Iran). – 2023. – Vol. 9, № 4. – P. 927–938. DOI: 10.28991/CEJ-2023-09-04-013

86. Lee, J. Performance Enhancement of Cementitious Materials Using Carbon Nanotubes / J. Lee, S. Cho, J. Park // Cement and Concrete Research. – 2020. – Vol. 135. – P. 106124. DOI: 10.1016/j.cemconres.2020.106124.

87. Leusheva, E. Study on the Rheological Properties of Barite-Free Drilling Mud with High Density / E. Leusheva, N. Alikhanov, N.N. Brovkina // Journal of Mining Institute. – 2022. – Vol. 258. – P. 976–985. DOI: 10.31897/PMI.2022.38

88. Leusheva, E.L. Barite-Free Muds for Drilling-in the Formations with Abnormally High Pressure / E.L. Leusheva, N. Alikhanov, V. Morenov // Fluids. – 2022. – Vol. 7, № 8. – P. 268. DOI: 10.3390/fluids7080268

89. Li, Z. Influence of Silica Flour–Silica Fume Combination on the Properties of High-Performance Cementitious Mixtures at Ambient Temperature Curing / Z. Li, H.K.

Venkata, P.R. Rangaraju // *Construction and Building Materials*. – 2015. – Vol. 100. – P. 225–233. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2015.09.042

90. Litvinenko, V.S. Methodology for Determining the Parameters of Drilling Mode for Directional Straight Sections of Well Using Screw Downhole Motors / V.S. Litvinenko, M.V. Dvoynikov // *Journal of Mining Institute*. – 2020. – Vol. 241, № 1. – P. 105–112. DOI: 10.31897/pmi.2020.1.105

91. Litvinenko, V.S. Hydrocarbon Potential of the Ural-African Transcontinental Oil and Gas Belt / V.S. Litvinenko, A.V. Kozlov, V.A. Stepanov // *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*. – 2017. – Vol. 7, № 1. – P. 1–9. DOI: 10.1007/13202-016-0248-4

92. Luke, K. Phase Studies of Pozzolanic Stabilized Calcium Silicate Hydrates at 180°C / K. Luke // *Cement and Concrete Research*. – 2004. – Vol. 34, № 9. – P. 1725–1732. DOI: 10.1016/j.cemconres.2004.05.021

93. Mahmoud, A.A. Influence of Nanoclay Content on Cement Matrix for Oil Wells Subjected to Cyclic Steam Injection / A.A. Mahmoud, S. Elkatatny, A. Ahmed, R. Gajbhiye // *Materials*. – 2009. – Vol. 12, № 9. – P. 1452. DOI: 10.3390/ma12091452.

94. Makar, J.M. Growth of Cement Hydration Products on Single-Walled Carbon Nanotubes / J.M. Makar, G.W. Chan // *Journal of the American Ceramic Society*. – 2009. – Vol. 92, № 6. – P. 1303–1310. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2009.03057.x.

95. Maldonado-Alameda, A. Magnesium Phosphate Cement Incorporating Sheep Wool Fibre for Thermal Insulation Applications / A. Maldonado-Alameda, A. Alfocea-Roig, S. Huete-Hernández, J. Giro-Paloma, J.M. Chimenos, J. Formosa // *Journal of Building Engineering*. – 2023. – Vol. 76. – P. 107043. DOI: 10.1016/j.job.2023.107043

96. Mardashov, D.V. Development of Blocking Compositions with a Bridging Agent for Oil Well Killing in Conditions of Abnormally Low Formation Pressure and Carbonate Reservoir Rocks / D.V. Mardashov // *Journal of Mining Institute*. – 2021. – Vol. 251, № 3. – P. 667–677. DOI: 10.31897/pmi.2021.5.6

97. Mastali, M. Utilization of Mineral Wools in Production of Alkali Activated

Materials / M. Mastali, A. Zahra, K. Hugo, R. Faraz // Construction and Building Materials. – 2021. – Vol. 283. – P. 122790. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2021.122790

98. Mehta, P.K. Concrete: Microstructure, Properties and Materials / P.K. Mehta, P.J.M. Monteiro. – 4th ed. – California: McGraw-Hill Professional, 2013.

99. Mitchell, R.F. Fundamentals of Drilling Engineering / R.F. Mitchell, S.Z. Miska. – Texas: Richardson publ., 2011. – Chapter 4. – 139 p.

100. Moradi, S.T. Considerations of Well Cementing Materials in High-Pressure, High-Temperature Conditions / S.T. Moradi, N.I. Nikolaev // International Journal of Engineering. – 2016. – Vol. 29, № 9. – P. 1214–1218.

101. Munasir, N. Graphene Based Membrane Modified Silica Nanoparticles for Seawater Desalination and Wastewater Treatment: Salt Rejection and Dyes / N. Munasir, S.R. Lutfiana, F. Nuhaa, S. Evi, R. Lydia, S.S. Ezaa, T. Ahmad // International Journal of Engineering, Transactions A: Basics. – 2023. – Vol. 36, № 4. – P. 698–708. DOI: 10.5829/ije.2023.36.04a.09

102. Nelson, E.B. Well Cementing / E.B. Nelson, D. Guillot. – 2nd ed. – Texas: Schlumberger, 2006.

103. Nikolaev, N.I. Experimental Studies of Physical-Mechanical Properties of Polymercement Compositions with Low Content of Dispersion Medium / N.I. Nikolaev, J.R. Hernandez Requena, D.A. Syrkin // Construction of Oil and Gas Wells on Land and Sea. – 2019. – № 1. – P. 35–38. DOI: 10.30713/0130-3872-2019-1-35-38

104. Nikolaev, N.I. Low-Density Cement Compositions for Well Cementing Under Abnormally Low Reservoir Pressure Conditions / N.I. Nikolaev, E.L. Leusheva // Journal of Mining Institute. – 2019. – Vol. 236. – P. 194–200. DOI: 10.31897/PMI.2019.2.194

105. Nutskova, M.V. Effect of Mineral Wool Impregnated with Carbon Nanotubes on Properties of Cement at High Temperatures / M.V. Nutskova, **M. Alhazzaa**, A. Alhazzaa // International Journal of Engineering, TRANSACTIONS A: Basics. – 2025. – Vol. 38, № 1. – pp. 147–155. DOI: 10.5829/ije.2025.38.01a.14

106. Nutskova, M.V. Optimizing Cement Properties in High-Temperature Oil Wells

with Hybrid Additives: CNT-Infused Mineral Wool and Nanoclay / M.V. Nutskova, **M. Alhazzaa** // International Journal of Engineering, TRANSACTIONS B: Applications. – 2025. – Vol. 38, № 5. – pp. 1056–1066. DOI:10.5829/ije.2025.38.05b.09

107. Patil, A. Silica Flour and Nanoclay Combination for Enhanced Cement Properties / A. Patil, H. Ramesh, B. Rao // Materials Today: Proceedings. – 2020. – Vol. 27. – P. 1451–1455. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.03.632.

108. Pervukhin, D. A Sustainable Development Goals-Based Mathematical Model for Selecting Oil and Gas Investment Projects Under Uncertainty and Limited Resources / D. Pervukhin, H. Davardoost, D. Kotov, Y. Ilyukhina, K. Hasanov // Advanced Mathematical Models & Applications. – 2023. – Vol. 8, № 3. – P. 502–528. DOI: 10.31146/1684-0408-2023-8-3-502-528.

109. Piña Ramírez, C. Analysis of the Mechanical Behaviour of the Cement Mortars with Additives of Mineral Wool Fibres from Recycling of CDW / C. Piña Ramírez, M. del Río Merino, C. Viñas Arrebola, A. Vidales Barriguete, M. Kosior-Kazberuk // Construction and Building Materials. – 2019. – Vol. 210. – P. 56–62. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2019.03.062

110. Piña Ramírez, C. Analysis of Fire Resistance of Cement Mortars with Mineral Wool from Recycling / C. Piña Ramírez, A. Vidales Barriguete, R. Serrano Somolinos, M. del Río Merino, E. Atanes Sánchez // Construction and Building Materials. – 2020. – Vol. 265. – P. 120349. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2020.120349

111. Rahman, M.K. Nanoclay-Enhanced Cement Composition for Deep Well Treatment / M.K. Rahman, M. Murtaza, A.A. Al-Majed, M.M. Al-Zahrani // Patent US, № 10065890B2, 2018.

112. Ranachowski, Z. Investigation of Structural Degradation of Fiber Cement Boards Due to Thermal Impact / Z. Ranachowski, P. Ranachowski, T. Dębowski, T. Gorzelańczyk, K. Schabowicz // Materials. – 2019. – Vol. 12, № 6. – P. 944. DOI: 10.3390/ma12060944

113. Redrovan, P. Development of Technology for Increasing Well Completion

During Drilling in the Abnormal Reservoir Pressures Intervals / P. Redrovan, V. Kuchin, M. Dvoynikov // SHS Web of Conferences. – 2020. – Vol. 84. – P. 05001. DOI: 10.1051/shsconf/20208405001

114. Richardson, I.G. The Calcium Silicate Hydrates / I.G. Richardson // Cement and Concrete Research. – 2008. – Vol. 38, № 2. – P. 137–158. DOI: 10.1016/j.cemconres.2007.11.005

115. Saidova, Z. Modification of Cement Matrix with Complex Additive Based on Chrysotyl Nanofibers and Carbon Black / Z. Saidova, G. Yakovlev, O. Smirnova, A. Gordina, N. Kuzmina // Applied Sciences. – 2021. – Vol. 11, № 15. – P. 6943. DOI: 10.3390/app11156943

116. Sanjuán, M.A. Effect of Silica Fume Fineness on the Improvement of Portland Cement Strength Performance / M.A. Sanjuán, C. Argiz, J.C. Gálvez, A. Moragues // Construction and Building Materials. – 2015. – Vol. 96. – P. 55–64. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2015.07.092

117. Sanjuán, M.A. Oven-Drying as Preconditioning Method for Air Permeability Test on Concrete / M.A. Sanjuán, R. Muñoz-Martialay // Materials Letters. – 1996. – Vol. 27, № 4-5. – P. 263–268. DOI: 10.1016/0167-577X(95)00283-9

118. Sarkar, P. Cost-Benefit Analysis of Nanomaterials in Cement / P. Sarkar, N. Jha, D. Sengupta // Construction and Building Materials. – 2018. – Vol. 160. – P. 228–235. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2017.11.073.

119. Shaabani, A. Wool Supported Manganese Dioxide Nano-Scale Dispersion: A Biopolymer Based Catalyst for the Aerobic Oxidation of Organic Compounds / A. Shaabani, Z. Hezarkhani, E. Badali // RSC Advances. – 2015. – Vol. 5, № 76. – P. 61759–61767. DOI: 10.1039/C5RA10522F

120. Shebl, S.S. Mechanical Behavior of Activated Nano Silicate Filled Cement Binders / S.S. Shebl, L. Allie, M.S. Morsy, H.A. Aglan // Journal of Materials Science. – 2009. – Vol. 44. – P. 1600–1606. DOI: 10.1007/s10853-008-3214-9

121. Silva, I.B. Dilatometric Behavior and Crystallographic Characterization of

Portland-Polyurethane Composites for Oilwell High-Temperature Cementing Applications / I.B. Silva, A.E. Martinelli, W.R.M. Souza, J.C.O. Freitas, M.A.F. Rodrigues // *Journal of Petroleum Science and Engineering*. – 2018. – Vol. 169. – P. 553–559. DOI: 10.1016/j.petrol.2018.06.014

122. Singh, S. Multi-Walled Carbon Nanotubes in Cement Composites: Mechanical and Microstructural Analysis / S. Singh, R. Gupta, M. Kumar // *Materials Science and Engineering: A*. – 2018. – Vol. 730. – P. 31–40. DOI: 10.1016/j.msea.2018.05.103.

123. Stefanidou, M. Influence of Nano-SiO<sub>2</sub> on the Portland Cement Pastes / M. Stefanidou, I. Papayianni // *Composites Part B: Engineering*. – 2012. – Vol. 43, № 6. – P. 2706–2710. DOI: 10.1016/j.compositesb.2011.12.015

124. Szelag, M. The Influence of Metakaolinite on the Development of Thermal Cracks in a Cement Matrix / M. Szelag // *Materials*. – 2018. – Vol. 11, № 4. – P. 520. DOI: 10.3390/ma11040520

125. Tabatabaee Moradi, S.S. Development of Compositions of Buffer Fluids and Grouting Solutions for Casing Wells Under High Temperature Conditions / S.S. Tabatabaee Moradi, N.I. Nikolaev, T.N. Nikolaeva // *Journal of Mining Institute*. – 2020. – Vol. 242. – P. 174–178. DOI: 10.31897/pmi.2020.2.174

126. Tsigelnyuk, E.Y. Analysis on Effect of Fullerene Soot on the Chemical and Physical Properties of Cement Mixtures / E.Y. Tsigelnyuk, V.S. Kovalchuk, V.I. Gerasimov, E.A. Efimova // *International Journal of Engineering*. – 2021. – Vol. 34, № 10. – P. 2313–2318. DOI: 10.5829/ije.2021.34.10.2313

127. Vorobyov, S.V. Temperature Regime of Oil and Gas Bearing Deposits of the Northern Part of the West Siberian Plate / S.V. Vorobyov, P.A. Gorbunov, O.V. Maksimenko, D.Ya. Khabibullin // *Geology of Oil and Gas*. – 2018. – № 5. – P. 29–35.

128. Vu, M.H. Effect of the Curing Temperature on the Creep of a Hardened Cement Paste / M.H. Vu, J. Sulem, J.B. Laudet // *Cement and Concrete Research*. – 2012. – Vol. 42, № 9. – P. 1233–1241. DOI: 10.1016/j.cemconres.2012.05.015

129. Wang, W.C. Compressive Strength and Thermal Conductivity of Concrete with

Nanoclay Under Various High Temperatures / W.C. Wang // Construction and Building Materials. – 2017. – Vol. 147. – P. 305–311. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2017.04.141

130. Wang, W. Evaluation of Properties and Microstructure of Cement Paste Blended with Metakaolin Subjected to High Temperatures / W. Wang, X. Liu, L. Guo, P. Duan // Materials. – 2019. – Vol. 12, № 6. – P. 941. DOI: 10.3390/ma12060941

131. Xu, X. Thermal Stability of Cementitious Materials in Oil Well Applications / X. Xu, H. Zhu, G. Chen // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2021. – Vol. 143. – P. 2695–2707. DOI: 10.1007/s10973-020-10233-7.

132. Zakharov, E.V. The Geothermal Regime of the Subsoil is One of the Main Factors Determining the Degree of Prospects of Oil and Gas Basins / E.V. Zakharov, I.B. Kulibakina // Geology of Oil and Gas. – 1997. – Vol. 12. – P. 31–36.

133. Zhang, T. High-Temperature Performance of Cementitious Composites for Oil Well Cementing / T. Zhang, X. Li, Y. Wei // Journal of Petroleum Technology. – 2019. – Vol. 71, № 11. – P. 49–54. DOI: 10.2118/71849-PA.

134. Zimina, D.A. Research of Technological Properties of Cement Slurries Based on Cements with Expanding Additives, Portland and Magnesia Cement / D.A. Zimina, M.V. Nutskova // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – Vol. 666, № 1. – P. 012066. DOI: 10.1088/1757-899X/666/1/012066

135. Zimina, D.A. Analysis of the Effect of Nanosilicates on the Strength and Porosity of Cement Stone / D.A. Zimina, C.A. Zhapkhandaev, A.A. Petrov // Key Engineering Materials. – 2020. – Vol. 854. – P. 175–181. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.854.175

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

### Акт внедрения результатов диссертационного исследования в промышленности (ООО «Гранула»)



Комплекс легких решений  
сложных задач



Утверждаю

Генеральный директор

ООО «Гранула»

А.В. Демидов

12 2024 г.

#### АКТ

о возможности внедрения (использования) результатов кандидатской диссертационной работы Алхаззаа Мохаммад на тему «Обоснование и разработка тампонажных растворов для крепления скважин в условиях высоких температур» по научной специальности 2.8.2 «Технология бурения и освоения скважин»

#### Специальная комиссия в составе:

Витухин М.С., заместитель генерального директора по работе с крупнейшими заказчиками

Коростелев А.С., исполнительный директор

составили настоящий акт о том, что результаты диссертации на тему «Обоснование и разработка тампонажных растворов для крепления скважин в условиях высоких температур», представленной на соискание ученой степени кандидата наук, использованы в инновационной деятельности ООО «Гранула», а именно при разработке рекомендаций по составам тампонажных растворов в условиях высоких пластовых температур с целью повышения долговечности крепи скважин.

Использование указанных результатов дает потенциальную возможность, ориентируясь на полученные результаты экспериментальных исследований, разработать дополнительные рецептуры тампонажных растворов на основе наноглины и минеральной ваты, пропитанной углеродными нанотрубками.

#### Члены комиссии:

Коростелев А.С.

Витухин М.С.

ООО «Гранула». 620100, Екатеринбург,  
Сибирский Тракт 12, строение 7, офис 202  
ОКПО / ИНН 80338612 / 6685084240  
ОГРН / КПП 1156685002650 / 668501001

+7 (343) 379 21 59

+7 (343) 379 21 58

[granula@granula-ural.ru](mailto:granula@granula-ural.ru)

[grancem.ru](http://grancem.ru)



## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

## Свидетельства о государственной регистрации патента на изобретение

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2810354

**ТАМПОНАЖНЫЙ СОСТАВ**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Нуцкова Мария Владимировна (RU), Алхаззаа Мохаммад (RU)*

Заявка № 2023115512

Приоритет изобретения 14 июня 2023 г.

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 27 декабря 2023 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 14 июня 2043 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов



## РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

**№ 2808959****ТАМПОНАЖНЫЙ СОСТАВ**

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Нуцкова Мария Владимировна (RU), Алхаззаа Мохаммад (RU), Учитель Анатолий Владимирович (RU)*

Заявка № **2023123861**Приоритет изобретения **15 сентября 2023 г.**

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации **05 декабря 2023 г.**

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает **15 сентября 2043 г.**

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Ю.С. Зубов*

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**НА ИЗОБРЕТЕНИЕ  
№ 2833994**ТАМПОНАЖНЫЙ СОСТАВ**

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Нуцкова Мария Владимировна (RU), Алхазиа Мохаммад (RU)*

Заявка № 2024108970

Приоритет изобретения 04 апреля 2024 г.

Дата государственной регистрации  
в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 03 февраля 2025 г.

Срок действия исключительного права  
на изобретение истекает 04 апреля 2044 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов