

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

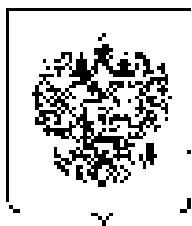
Российской Федерации 05 декабря 2023 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 15 сентября 2043 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C09K 8/467 (2023.08); E21B 33/138 (2023.08); C04B 28/02 (2023.08); C04B 14/06 (2023.08); C04B 24/24 (2023.08); C04B 2111/20 (2023.08); C04B 2103/32 (2023.08)

(21)(22) Заявка: 2023123861, 15.09.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.09.2023

Дата регистрации:
05.12.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 15.09.2023

(45) Опубликовано: 05.12.2023 Бюл. № 34

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
ФГБОУ ВО Санкт-Петербургский ГУ,
Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

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

(73) Патентообладатель(и):

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

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2120538 C1, 20.10.1998. RU
2761396 C1, 08.12.2021. RU 2617763 C1,
26.04.2017. RU 258066 C1, 27.06.2016. RU 2733872
C1, 07.10.2020. US 2017107420 A1, 20.04.2017.
АБДУЛМАЛЕК АХМЕД и др. Улучшение
свойств саудовского цемента класса G для
скважин с использованием отходов шин.
КОЛЛЕДЖ НЕФТЯНОЙ ИНЖЕНЕРИИ,
УНИВЕРСИТЕТ НЕФТИ И МИНЕРАЛОВ
ИМЕНИ КОРОЛЯ (см. прод.)

(54) ТАМПОНАЖНЫЙ СОСТАВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к нефтегазовой промышленности, в частности к тампонажным смесям, предназначенным для цементирования нефтяных, газовых скважин, перекрывающих интервалы проницаемых пластов при повышенных температурах. Техническим результатом является повышение эффективности крепления скважин в условиях повышенных температур. Тампонажный состав включает тампонажный цемент, воду, пластификатор. В

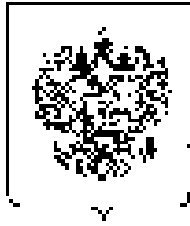
качестве тампонажного цемента используют цемент Саудовского класса G, а в качестве пластификатора – пластификатор С-3, при этом состав дополнительно содержит кварцевую муку и наноглину, при следующем соотношении компонентов, мас. %: цемент Саудовского класса G - 50,40-50,76, пластификатор С-3 - 0,40-0,41, кварцевая мука - 17,64-17,77, наноглина - 0,51-1,01, вода - остальное. 6 табл., 12 пр.

(56) (продолжение):

ФАТХА, 12.10.2020, 5(42). SALAHELDIN ELKATATNY at al. ENHACING THE CEMENT GUALITY USING POLYPROPYLENE FIBER, JORNAL OF PETROLEUM EXPLORATION AND PRODUCTION TECHNOLOGY, RECEIVER, PUBLISHED 27.11.2019. ФАРИД А. АГЗАМОВ и др. УФИМСКИЙ ГОС. НЕФТЯНОЙ

R U 2 8 0 8 9 5 9 C 1

R U 2 8 0 8 9 5 9 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C09K 8/467 (2023.08); E21B 33/138 (2023.08); C04B 28/02 (2023.08); C04B 14/06 (2023.08); C04B 24/24 (2023.08); C04B 2111/20 (2023.08); C04B 2103/32 (2023.08)

(21)(22) Application: **2023123861, 15.09.2023**

(24) Effective date for property rights:
15.09.2023

Registration date:
05.12.2023

Priority:

(22) Date of filing: **15.09.2023**

(45) Date of publication: **05.12.2023** Bull. № 34

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO Sankt-Peterburgskij GU, Patentno-
litsenzionnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Nutskova Mariya Vladimirovna (RU),
Alkhazaa Mokhammad (RU),
Uchitel Anatolij Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj
universitet imperatritsy Ekateriny II" (RU)**

(54) **BACKFILL COMPOUND**

(57) Abstract:

FIELD: oil and gas industry.

SUBSTANCE: cement mixtures intended for cementing oil and gas wells covering intervals of permeable formations at elevated temperatures. The cement composition includes cement, water and plasticizer. Saudi class G cement is used as well cement, and C-3 plasticizer is used as a plasticizer, while the composition additionally contains silica powder and

nanoclay, with the following component ratio, wt. %: Saudi class G cement - 50, 40-50, 76, plasticizer C-3 - 0.40-0.41, silica powder - 17.64-17.77, nanoclay - 0.51-1.01, water - the rest.

EFFECT: increasing the efficiency of well casing under conditions of elevated temperatures.

1 cl, 6 tbl, 12 ex

RU 2 808 959 C 1

RU 2 808 959 C 1

Изобретение относится к нефтегазовой промышленности, в частности к тампонажным смесям, предназначенным для цементирования нефтяных, газовых скважин, перекрывающих интервалы проницаемых пластов при повышенных температурах.

5 Известна композиция для получения тампонажных растворов (патент RU №2588066, опубликованный 27.06.2016), содержащая глиноземистый цемент и дополнительно содержит кварцевый песок, негашеную известь, суперпластификатор С-3, регент-стабилизатор и понизитель водоотдачи - 1%-ный раствор гидроксиэтилцеллюлозы, пеногаситель Пента-465 и воду при следующем соотношении компонентов, мас.%.:
10 портландцемент - 55-65, глиноземистый цемент - 10-20, известь негашеная - 5-10, песок кварцевый - 15-20, указанный суперпластификатор - 1-1,3, гидроксиэтилцеллюлоза - 0,2-0,3, указанный пеногаситель - 0,05-0,1, вода - остальное.

Недостатком известной композиции является ее способность сохранять необходимую прочность лишь в условиях нормальных температур. Не может использоваться при повышенных температурах.

15 Известен состав для получения тампонажных растворов (патент RU № 2761396, опубликованный 08.12.2021), содержащий тампонажный портландцемент бездобавочный высокой сульфатостойкости ПЦТІ-G-CC-1, кварц молотый пылевидный марки «Б», золу-уноса ЗУ КУК-Б-3, микрокремнезем конденсированный МК-85, пластификатор на основе поликарбоксилатных полимеров WellFix P-100, хлорид кальция, алюминиевую
20 пудру ПАП-1, Неонол АФ 9-4, гидроксиэтилцеллюлозу, Натросол 250 KR, 18%-ный раствор хлорида натрия. Данный состав позволяет получать цементный камень, стойкий к агрессивному воздействию весьма крепких рассолов.

Недостатком данного раствора является быстрая потеря прочности при высоких температурах.

25 Известен состав для получения тампонажных растворов (патент RU № 2504568, опубликованный 20.01.2014), включающий тампонажный цемент, тонкодисперсную неорганическую добавку, гидроксиэтилцеллюлозу, хлористый натрий или хлористый калий и воду при следующем соотношении компонентов, мас.%: тампонажный цемент
30 75,0-85,0, тонкодисперсная неорганическая добавка 15,0-25,0, гидроксиэтил-целлюлоза 0,3-0,6, указанная солевая добавка 5,0-10,0, вода 45,0-55,0. В качестве тонкодисперсной неорганической добавки расширяющийся тампонажный состав содержит мел природный технический дисперсный или кварц молотый пылевидный, или заполнитель кремнеземистый тонкомолотый.

35 Недостатками данного состава является низкая прочность на сжатие и изгиб при температуре 300°C.

Известен тампонажный состав (патент на изобретение RU № 2617763, опубликованный 26.04.2017), содержащий тампонажную магнезиально-карналлитовую смесь, включающую порошок магнезитовый каустический, шлам карналлитового хлоратора, триполифосфат натрия, воду, отличающуюся тем, что смесь дополнительно
40 содержит карбамид и тонкодисперсную неорганическую добавку при следующем соотношении компонентов, мас.%: порошок магнезитовый каустический 22,88-37,29, шлам карналлитового хлоратора 22,22-36,79, тонкодисперсная неорганическая добавка 6,35-11,43, триполифосфат натрия 0,32-0,65, карбамид 1,27-3,27, вода – остальное.

45 Недостатком состава является пониженная прочность тампонажного камня при повышенных температурах, не испытанная при температуре более 150°C.

Известен тампонажный состав (патент на изобретение RU № 2120538, опубликованный 27.12.2014), принятый за прототип, используемый для крепления нефтяных и газовых скважин, содержащий тампонажный цемент, в качестве

пластификатора полиэлектролитный комплекс резорцинформальдегидных олигомеров и полиэтиленполиамина, стабилизированный формальдегидом. Содержание тампонажного цемента в растворе 69%, пластификатора 0,05-0,45%, вода - остальное.

Недостатком является низкая прочность на сжатие и изгиб при температуре 300°C.

5 Техническим результатом является повышение эффективности крепления скважин в условиях повышенных температур.

Технический результат достигается тем, что в качестве тампонажного цемента используют цемент Саудовского класса G, а в качестве пластификатора – пластификатор С-3, при этом состав дополнительно содержит кварцевую муку и наноглину, при
10 следующем соотношении компонентов, мас. %:

цемент Саудовского класса G	50,40-50,76
пластификатор С-3	0,40-0,41
кварцевая мука	17,64-17,77
наноглина	0,51-1,01
15 вода	остальное

Заявляемый тампонажный состав для повышения прочности цементного камня для крепления скважин включает в себя следующие реагенты и товарные продукты, их содержащие, %:

- цемент Саудовского класса G – 50,40-50,76 мас.%, соответствующий спецификации
20 10А АНИ (Американский нефтяной институт);
- пластификатор С-3 – 0,40-0,41 мас.%, выпускаемый по ТУ 5870-005-58042865-05;
- кварцевая мука – 17,64-17,77 мас.%, выпускаемая по ГОСТ 9077-82;
- наноглина – 0,51-1,01 мас.%, выпускаемая по ГОСТ Р 59456-2021.
- вода – остальное; выпускаемая по ГОСТ 23732-79.

25 Цемент Саудовского класса G - это продукт, полученный при помоле портландцементного клинкера в основном состоящего из гидросиликатов кальция, обычно содержащий одну или несколько форм сульфата кальция в качестве добавки при помоле. При производстве тампонажного цемента класса G при помоле или смешивании в клинкер не вносятся никаких добавок, кроме сульфата кальция и воды.
30 Цемент Саудовского класса G является основным тампонажным цементом в технических условиях американского нефтяного института. Существует в марках средней MSR и высокой HSR сульфатостойкости.

Пластификатор С-3 представляет собой специальный понизитель трения – смесь различной молекулярной массы натриевых солей полиметиленафталинсульфоокислот, изготовленный в виде водного раствора темно-коричневого цвета, имеющего
35 концентрацию не менее 32%. Обладает отличными пластифицирующими свойствами и эффективным водоредуцирующим действием. Применяется с целью получения высокоподвижных бетонных смесей без снижения прочности бетонов, а также для повышения прочности, водонепроницаемости и других показателей качества бетонов
40 за счет водоредуцирующего действия и получения комбинированного эффекта с частичным использованием первых двух.

Кварцевая мука представляет собой материал, состоящий более чем на 99% из SiO₂ и имеет плотность 2,64 г/см³. Данная мука производится помолом жильного химически
45 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%. Добавление кварцевой муки эффективно замедляет сроки схватывания цемента, обеспечивает однородность и

стабильность раствора, повышает прочность цементного камня при высоких температурах.

Использование термостойких цементов позволяет производить тампонажные работы в глубоких скважинах с повышенными и высокими забойными температурами от 101 °С до 300 °С, а также в диапазоне умеренных температур от 51 °С до 100 °С, обеспечивая качественное крепление обсадных колонн по всему интервалу размещения раствора.

Частицы наноглины представляют собой частицы монтмориллонита, модифицированные реакцией катионного обмена, плотность частиц наноглины – 1,98 г/см³.

Вода должна соответствовать требованиям технической воды и не содержать механических примесей.

Тампонажный состав приготавливается следующим образом. Подготавливается сухая смесь цемента Саудовского класса G, кварцевой муки и наноглины. Подготавливается диспергированная смесь жидких компонентов пластификатора С-3 и воды путем смешивания в ультразвуковой ванне. Затем диспергированную смесь воды и пластификатора С-3 смешивают с сухой смесью в следующем порядке: диспергированная смесь воды и пластификатора С-3 добавляется в сухую смесь или сухая смесь добавляется в диспергированную смесь воды и пластификатора С-3. 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.

Пример 1. Тампонажный состав приготавливается следующим образом. Подготавливается сухая навеска цемента Саудовского класса G в количестве 68,76 мас. %. Пластификатор С-3 в количестве 0,69 мас. %, что составляет 1% от массы цемента, добавляют в воду в количестве, обеспечивающем соотношение воды с остальными компонентами равное 0,44. Получение диспергированной смеси осуществляется путем смешивания воды и пластификатора С-3 в ультразвуковой ванне. Затем диспергированную смесь воды и пластификатора С-3 смешивают с цементом 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.

Полученное цементное тесто после смешивания испытывают на растекаемость по методу АзНИИ, далее разливают в кубические формы с размерами ребер 40 мм для испытаний на прочность при сжатии, цилиндрические формы диаметром и 38,1 мм и длиной 22,9 мм для испытаний на прочность при растяжении по бразильскому методу и проницаемость. Затем формы погружают в водяную баню с температурой 25⁰ С на заданное время. Для анализа каждого из составов использовались два температурных режима: низкотемпературный при 25 °С и высокотемпературный циклически меняющийся от 25 °С до 300 °С. Перед испытаниями тампонажного камня, исследуемого в низкотемпературном режиме, образцы погружали в водяную баню на 7 и 28 сут. Образцы, исследуемые в высокотемпературном режиме, помещались в водяную баню при температуре 25 °С на 4 и 25 сут., затем в течение 3 сут. в автоклаве подвергались

воздействию температуры в 300°С для имитации цикла работы паронагнетательных скважин. Затем эти образцы охлаждались и испытывались также, как и для низкотемпературных условий. В таблице 1 показаны условия выдержки образцов тампонажного камня до испытаний.

5 Таблица 1 - Условия выдержки образцов тампонажного камня

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

Приготовленный цементный раствор имеет плотность 1,97 г/см³.

15 Составы заявляемой тампонажной смеси приведены в таблице 2. Полученные результаты испытаний на растекаемость приведены в таблице 3, прочностных испытаний – в таблицах 4-5, испытаний на проницаемость – в таблице 6.

Таблица 2 - Концентрации реагентов, используемых в цементной смеси, % мас.

№	Состав, мас. %				
	Сухая смесь, мас. %			Жидкая смесь, мас. %	
	Цемент Саудовского класса G	Кварцевая мука	Наноглина	Пластификатор С-3	Вода
1	2	3	4	5	6
1	68,76	0,00	0,00	0,69	остальное
2	68,83	0,00	0,00	0,62	остальное
3	68,89	0,00	0,00	0,55	остальное
4	51,14	17,90	0,00	0,41	остальное
5	50,76	17,77	0,51	0,41	остальное
6	50,40	17,64	1,01	0,40	остальное
7	50,03	17,51	1,50	0,40	остальное
8	49,67	17,39	1,99	0,40	остальное
9	49,71	17,40	1,99	0,35	остальное
10	49,75	17,41	1,99	0,30	остальное
11	49,82	17,44	1,99	0,20	остальное
12	49,78	17,42	1,99	0,25	остальное

Пример 2. Тампонажная смесь приготавливается следующим образом.

35 Подготавливается сухая навеска цемента Саудовского класса G в количестве 68,83 мас. %. Пластификатор С-3 в количестве 0,62 мас. %, что составляет 0,9% от массы цемента, добавляют в воду в количестве, обеспечивающем соотношение воды с остальными компонентами равное 0,44. Раствор приготавливают также, как в примере 1.

Пример 3. Тампонажная смесь приготавливается следующим образом.

40 Подготавливается сухая навеска цемента Саудовского класса G в количестве 68,89 мас. %. Пластификатор С-3 в количестве 0,55 мас. %, что составляет 0,8% от массы цемента, добавляют в воду в количестве, обеспечивающем соотношение воды с остальными компонентами равное 0,44. Раствор приготавливают также, как в примере 1.

45 Пример 4. Готовится сухая смесь цемента Саудовского класса G в количестве 51,14 мас. % и кварцевой муки в количестве 17,90 мас. %, что составляет 35% от массы цемента. Получившийся состав тщательно перемешивают до получения однородной массы. Пластификатор С-3 в количестве 0,41 мас. %, что составляет 0,8% от массы цемента, добавляют в воду в количестве, обеспечивающем соотношение воды с остальными

добавляют в воду в количестве, обеспечивающем соотношение воды с остальными компонентами равно 0,44. Раствор приготавливают так же, как в примере 1.

Пример 12. Готовится сухая смесь цемента Саудовского класса G в количестве 49,82 мас. %, кварцевой муки в количестве 17,44 мас. %, что составляет 35% от массы цемента, и наноглины в количестве 1,99 мас. %, что составляет 4% от массы цемента.

Получившийся состав тщательно перемешивают до получения однородной массы. Пластификатор С-3 в количестве 0,20 мас. %, что составляет 0,4% от массы цемента, добавляют в воду в количестве, обеспечивающем соотношение воды с остальными компонентами равно 0,44. Раствор приготавливают так же, как в примере 1.

Применение предлагаемого тампонажного раствора позволит расширить область применения тампонажной смеси и обеспечить длительное надежное крепление обсадных колонн при нормальных, умеренных и повышенных температурах и повысить прочность адгезионного сцепления тампонажной смеси с горной породой и обсадной колонной.

Таблица 3 - результаты определения растекаемости тампонажного раствора.

№	Растекаемость тампонажного раствора, см
1	26,33
2	25,83
3	24,42
4	23,5
5	22,25
6	21,25
7	20,25
8	19,58
9	18,83
10	17,42
11	16,92
12	15,83

Таблица 4 - результаты прочностных испытаний на одноосное сжатие.

№	Предел прочности на одноосное сжатие цементного камня, МПа			
	25°C		300°C	
	7 суток	28 суток	7 суток	28 суток
1	44	46,5	8,1	9,5
2	44,7	47,4	8,4	9,8
3	45	48,7	8,5	10,4
4	43,8	47,9	41,5	44
5	52,5	54,7	42	47,1
6	53	56,2	44,5	49,7
7	55,1	58,5	53	57,6
8	46,1	47,2	29	32,5
9	45,8	47,1	28	32,4
10	45,7	46,8	27,5	32,1
11	45,3	46,2	27,2	31,5
12	45,1	46,1	27	31,1

Таблица 5 - результаты прочностных испытаний на растяжение.

№	Предел прочности на растяжение цементного камня, МПа			
	25°C		300°C	
	7 суток	28 суток	7 суток	28 суток
1	5,6	5,73	2,2	1,93
2	5,8	5,81	2,31	2,11
3	5,9	5,91	2,32	2,15

4	5,59	5,64	5,32	5,4
5	6,1	6,1	5,61	5,4
6	6,63	6,71	6,22	6,35
7	6,57	6,81	6,64	6,65
8	6,06	6,4	4,11	4,65
9	5,96	6,3	4,1	4,63
10	5,88	6,1	4,02	4,6
11	5,76	5,8	3,99	4,5
12	5,70	5,7	3,78	4,35

Таблица 6 - результаты измерения проницаемости.

№	Проницаемость образцов цементного камня после хранения в течение одного термоцикла в высоко-температурных условиях, мД*10 ⁻³	
	300°С	
	7 суток	28 суток
1	5,3	5,4
2	5,4	5,4
3	5,4	5,6
4	2,8	2,5
5	2,5	2,1
6	2,3	2
7	2,4	2,3
8	5,1	5,4
9	5,2	5,4
10	5,4	5,6
11	5,5	5,8
12	5,6	5,9

Из таблицы 3 отмечаем, что растекаемость образцов с 4 по 9 находится в диапазоне от 18 до 24 см, что обеспечит доставку тампонажного раствора в интервал крепления скважин, образцы раствора с растекаемостью менее 18 густые, не прокачиваются насосом, образцы раствора с растекаемостью более 24 – слишком жидкие. Из таблицы 4 отмечаем, что образцы с 5 по 7 достигают явного улучшения прочности цементного камня на сжатие при высоких температурах, а также из таблицы 5 отмечаем, что образцы с 5 по 7 достигают явного улучшения прочности цемента на растяжение камня при высоких температурах, в то время как из таблицы 5 отметим, что образцы с 4 по 6 достигают явного улучшения проницаемости цементного камня при нормальных, средних и высоких температурах. Таким образом, образцы с 5 по 6 представляют собой состав требуемого цемента, который обеспечит доставку тампонажного раствора в интервал крепления скважин, повысит качество крепления и долговечность скважин при нормальных, средних и высоких температурах и повысит прочность адгезионного сцепления тампонажной смеси с горной породой и обсадной колонной.

(57) Формула изобретения

Тампонажный состав, включающий тампонажный цемент, воду, пластификатор, отличающийся тем, что в качестве тампонажного цемента используют цемент Саудовского класса G, а в качестве пластификатора – пластификатор С-3, при этом состав дополнительно содержит кварцевую муку и наноглину, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

цемент Саудовского класса G	50,40-50,76
пластификатор С-3	0,40-0,41
кварцевая мука	17,64-17,77
наноглина	0,51-1,01

вода

остальное

5

10

15

20

25

30

35

40

45