



(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **314233**

(13) B1

(51) Int Cl⁷

C 09 K 7/02, E 21 B 33/138

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19941440	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	1994.04.20	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	1994.04.20	(30) Prioritet	1993.04.21, FR, 9304802
(41) Alm. tilgj.	1994.10.24		
(45) Meddelt dato	2003.02.17		

(71) Patenthaver	Sofitech NV, 5th Floor, Atlantic House, Noorderlaan 147, Bus 5 C, B-2030 Antwerpen, BE
(72) Oppfinner	Pierre Maroy, F-78530 Buc, FR Jean-François Baret, Paris, FR
(74) Fullmektig	Bryn Aarflot AS, 0104 Oslo

(54) Benevnelse **Oljebrønn-sementoppslemminger, samt fremgangsmåte for brønnsementering**

(56) Anførte publikasjoner WO 9011977

(57) Sammendrag

Den partikkelformige fase av sementoppslemminger i henhold til foreliggende oppfinnelse omfatter partikler som har spesielt tilpassede størrelsesområder eller granulometrier. Det skjer en svært tydelig forbedring av alle avgjørende egenskaper for oppslemmingen, samt en vesentlig reduksjon i kostnadene forbundet med samme. Anvendelse ved brønnsementering i oljebrønner eller lignende.

Foreliggende oppfinnelse angår det tekniske område ringrom-sementering av oljebrønner, vannbrønner og geotermiske brønner og lignende.

Disse operasjoner er blitt svært godt kjent innenfor fagområdet, såvel prinsippene som ytelsen; de store vanskeligheter når det gjelder ytelse er også
5 velkjent.

Disse dataer er det derfor unødvendig å gjenta her. Bare hovedtrekkene skal derfor kort nevnes i det følgende.

Vedrørende kjent teknikk vises det til WO 90/11977.

Brønnsementeringsoperasjonen består skjematisk av at det på overflaten
10 fremstilles en sementoppslemming som så under trykk pumpes inn i røret eller føringen. En slik oppslemming som pumpes nedover, fortrenger boreslammet som sirkulerer opp til overflaten (hvor det føres bort) gjennom ringrommet, dvs. området mellom borehullet og føringen.

Selve sementoppslemmingen fortrenges av et inert fluid, idet de beregnede
15 pumpede volumer er slik at pumpingen stoppes når slammet er blitt erstattet av oppslemmingen i ringrommet, mens et inert fluid befinner seg inne i føringen. Sementoppslemmingen får så stivne i ringrommet. Denne stivnede sement har da to funksjoner: Isolering av de forskjellige undergrunnssoner og mekanisk støtte til føringen.

20 Man har kommet frem til at for å lykkes i gjennomføringen av en slik operasjon, er det å kontrollere eller måle oppslemmingens reologi av primær betydning.

Reguleringen av mange parametere er også av primær betydning: Fluidtap, fritt vann, sedimentering, fortykningstid (eller "TT" = thickening time), utvikling av trykkfasthet, spesielt i begynnelsen av sedimenteringen, etc., testing av sementens
25 permeabilitet mot fluidene som bryter ned sementen, etc.

Det skal også forstås at ettersom de temperatur- og trykkcykluser som sementoppslemmingen utsettes for, dvs. overflate —→ ned i hullet —→ overflate, og som i høy grad er spesifikke for den aktuelle industri, er de foreliggende problemer ekstremt vanskelige å løse.

30 Videre er også reguleringen av sementoppslemmingens densitet svært viktig for å sikre den hydrostatiske likevekt. Dersom densiteten er for lav, er det risiko for at eksterne fluid er migrere mot føringen og de kan da være årsak til ødeleggelser. Dersom imidlertid densiteten er for høy, er det en risiko for at det kan finne sted frakturering av en sprø formasjon med alvorlige konsekvenser. Disse
35 risikoer og deres iboende krav er også svært spesifikke for den aktuelle industri. Alt dette er også velkjent innenfor fagområdet.

Mange additiver av forskjellige slag er også kjent, og de anvendes innenfor fagområdet alene eller i forskjellige kombinasjoner for å sette sammen det best mulige fluid for en bestemt brønn.

Denne fluidsammensetning er aldri enkel. Den er ofte mangelfull på grunn av de mange nødvendige egenskaper som innebærer at det anvendes antagonistiske midler.

Det er imidlertid alltid en viss grad av usikkerhet forbundet med bunnhull-betingelsene, f.eks. maksimal temperatur, nærvær av tyvsoner, etc. I tidligere kjent teknikk innbefatter f.eks. disse usikkerheter en overdosering av et eller annet additiv eller additiver for å unngå en stor risiko.

Dette medfører en viktig kompleksitet ved sammensetning av fluider, og av anordninger og additiver som anvendes, med de medfølgende risikoer og kostnader.

Foreliggende oppfinnelse tilveiebringer sementoppslemming for sementering av olje-, vann-, gassbrønner, geotermiske brønner og lignende, omfattende et blandefluid slik som vann og en uoppløselig partikkelformig blanding omfattende minst tre størrelsesdistinkte partikkelformige materialer valgt fra gruppen som omfatter:

- i) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse større enn 1 mm, for eksempel sand for glassfremstilling eller knuste avfallstyper ("svært store");
- ii) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 200-800 μm , for eksempel sand eller knuste avfallstyper ("store");
- iii) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 10-20 μm , for eksempel materialer av typen hydraulisk materiale eller et annet bindemiddel, eller knuste avfallstyper ("medium");
- iv) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 0,5-10 μm , for eksempel mikromateriale, eller typer av flyaske eller andre mikroslaggtyper ("fine");
- v) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 0,05-0,5 μm , for eksempel lateks eller pigmenter eller polymerer, så som en vanlig tetningstilsats ("svært fine");
- vi) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 7-50 nm, for eksempel så som kolloidalt, godt dispergerbart silisiumdioksid eller aluminiumoksid ("ultrafine");

hvor minst ett av det valgte partikkelformige materialet omfatter medium-partikler av bindemiddel slik som sement, minst ett av det valgte partikkelformige materialet har en gjennomsnittlig dimensjon som er finere enn sement, de relative andeler av de størrelsesdistinkte partikkelformige materialene er slik at pakkingsvolumfraksjonen av den partikkelformige blandingen er maksimal for den valgte kombinasjonen av faste materialer, og konsentrasjonen av faste partikkelformige materialer i det

blandede fluidet er slik at slammet innehar en tilstand for forhindret sedimentering, hvor de faste partiklene oppfører seg samlet som et fast porøst materiale.

Fremgangsmåte for sementering av olje-, gass-, vannbrønner, geometriske brønner og lignende ifølge foreliggende oppfinnelse er kjennetegnet ved at oppslemmingen som beskrevet i det foregående injiseres i brønnen.

Mest foretrukket er de partikkelformige additiver av mineraltype. De mineralske additiver er mest foretrukket på grunn av disse additivs lave kostnader og deres harmløshet i forhold til miljøet. I foreliggende oppfinnelse kan det imidlertid også anvendes plastavfall eller andre typer avfall som naturligvis må knuses i henhold til det forventede størrelsesområde. Som en underordnet faktor kan dette ha en fordelaktig effekt på miljøet ved at avfall som ikke kan brytes ned og som ellers ville bli anbrakt på en oppbevaringsplass for avfall kan anbringes i jorden (selvfølgelig under kontrollerte betingelser).

Ved teknikken stand er tilsetninger av partikkelformige mineraler til en sementoppslemming allerede blitt gjennomført og er kjent anvendt i konstruksjonsteknikken for forbedring av trykkfastheten. Blant annet skal artikkelen av F. de Larrard, offentliggjort i "Cement and Concrete Research", bd. 19, s. 161-172, 1989, angis. Det kan selvsagt ikke trekkes noen sammenligning mellom de nødvendige egenskaper for en konstruksjonssement og de egenskaper som er nødvendige for en "petroleum"-sement.

Spesielt er hverken de ovenfor nevnte temperatur- og trykkcykluser oppnådd eller de ovenfor nevnte krav til reologi og nøyaktig densitetskontroll oppfylt for anvendelser for konstruksjonsformål. Likeledes kan ikke anvendelser for konstruksjonsformål i det hele tatt sammenlignes med krav for fritt vann eller fluidtap ved de anvendelser som her kommer i betraktning og heller ikke konsekvensene av en mangel. Den ovenfor nevnte artikkel nevner overhodet ikke disse egenskaper. De fleste krav til oljebrønn-sementtyper er dessuten ikke nødvendige for konstruksjonssement, eller de er svært lave på grunn av en svært forskjellig størrelsesorden. Videre er kravene til størrelsesområde svært lite eksakte (betong, mørtel) når det gjelder konstruksjonsanvendelser.

Partikkelformige additiver er også blitt tilsatt til oljebrønn-sementer, spesielt for å gjøre sementen tyngre eller lettere (regulering av oppslemmingens densitet).

I så fall tas det ikke hensyn til størrelsesområdet, eller det anbefalte størrelsesområde står i motsetning til det som anbefales i foreliggende oppfinnelse.

Det eksisterer imidlertid enkelte betingelser innenfor området oljebrønn-sementer hvor et mineralsk additiv med et spesielt størrelsesområde er blitt forsøkt inkorporert.

Forsøk er således blitt gjennomført for å inkorporere mikro-silisiumdioksyd, mikro-bariumhydroksyd ("blanc fixe") eller "micronic" manganoksyd (ca. μm -størrelse).

Lavkostnads-mineraler (asketyper etc.) er også blitt forsøkt inkorporert, men i sistnevnte tilfelle uten at oppmerksomheten er blitt rettet mot noen størrelses-områder.

Når det gjelder oljebrønn-sementer, har det vært kjent å anvende partikkel-formige additiver, så som bariumhydroksyd eller silikagel, eller mikrosilisiumdioksyd eller agglomerert, kolloidalt silisiumdioksyd, men størrelsesområdet for disse er omtrent likt sement-størrelsesområdet, eller så som hematitt hvor størrelsesområdet er litt større enn for sementen.

Det er også kjent at størstedelen av de ovenfor nevnte avgjørende egenskaper for en oppslemming for oljefelt, spesielt reologi, fluidtapskontroll og sedimentering, til nå har vært regulert (med de ovenfor indikerte grenser) ved hjelp av organiske additiver.

Disse additiver medfører et alvorlig problem som er velkjent i teknikken, og som innebærer at de fleste av dem har en samtidig og motsatt rettet virkning på en gitt egenskap eller samtidig på mange egenskaper.

For eksempel setter et dispergeringsmiddel ned viskositeten, men forbedrer sedimenteringen. En tetningstilsats setter selvsagt ned fluidtapet, men øker viskositeten. De fleste av de for tiden kjente og anvendte additiver har dessuten også en innvirkning på sementens hydratasjonsmekanisme og således blant annet på fortykningstiden (TT = thickening time).

Det er også kjent at virkningsområdet for slike additiver ofte er smalt på grunn av en viktig følsomhet for temperatur, for konsentrasjon av ioner (salter) i det vann som ligger i mellomrommene, etc. og eventuelt også for bestanddelene i formasjonen. Til tross for lange og kostbare utviklingsarbeider er resultatet ofte en formulering som bare er egnet for den spesielle temperatur og/eller det spesielle saltinnhold, etc.

Dette har vært vedgått i tidligere kjent teknikk i flere tiår. Antallet additiver har således blitt flerdoblet med generelt spesifikke betingelser for anvendelse av hvert enkelt additiv. For å avhjelpe ulempene med den stadig viktigere kompleksitet når det gjelder de mulige løsninger, er det utviklet programvarer i stort antall. Disse programvarer peker bare på kompleksiteten i den kjemiske formulering, og gjør håndteringen av denne kompleksitet lettere, men uten å komme bort fra ulempene.

På overraskende måte fjerner foreliggende oppfinnelse kompleksiteten.

For første gang på flere tiår er det i stedet for å kombinere stadig flere additiver som er mer og mer komplekse, blitt oppdaget at et stort antall avgjørende egenskaper kan oppfylles ved resonnering når det gjelder utvelgelser og kom-

binasjoner av (spesielt mineralske) partikkelformige produkter som har forskjellige størrelsesområder.

Slike (mineralske) produkter anvendt i henhold til foreliggende oppfinnelse er spesielt silisiumdioksyd, hematitt (eller andre jernoksyder), bariumhydroksyd, og også karbonater, aluminiumoksyd, etc., plastavfall og andre klart compatible avfallstyper. Spesielt bør valget bestemmes av f.eks. den densitet som skal oppnås. Det er blitt oppdaget at ved å anvende en utvalgt kombinasjon av mange størrelsesområder av denne type i kombinasjon med størrelsesområdet for sementen, er det spontant blitt oppnådd et konvergerende sett av fordelaktige egenskaper, forutsatt at størrelsesområdene for de aktuelle produkter velges ut, og også disse produkters respektive andeler, for å kunne arbeide ved den maksimale PVF, eller så nær som mulig (idet det tas hensyn til andre påvirkninger så som densitet eller forholdet vann/ment) ved denne maksimale PVF, (PVF er pakking-volum-fraksjonen), selvsagt i henhold til de utvalgte størrelsesområder og også forutsatt at andelen av faste bestanddeler i forhold til blande fluidet velges slik at fluidet befinner seg i den forhindrede sedimenteringstilstand. Det er kjent at i en slik tilstand oppfører faste partikler seg "kollektivt" som et porøst, fast materiale, idet prosentandelene av de forskjellige fraksjoner er de samme fra toppen til bunnen av kolonnen. Ute av denne tilstand vil imidlertid partiklene med forskjellig størrelse eller forskjellig densitet, eller hvor størrelsene ligger nær hverandre, sette seg av på adskilt måte med forskjellige hastigheter. Denne forhindrede sedimenteringstilstand tilsvarer i praksis mye høyere faststoff-konsentrasjoner i fluidet enn den som tillates i tidligere kjent teknikk. Det er blitt oppdaget at den forhindrende sedimenteringstilstand oppstår over en høy terskelkonsentrasjon for fast stoff. Denne terskel avhenger selvfølgelig av de valgte størrelsesområder.

Det er viktig å nevne at slike konsentrasjoner som har vært vurdert som umulige å anvende i tidligere kjent teknikk (alvorlige problemer med for høy viskositet og blandingssevne) er anvendbare i henhold til oppfinnelsen takket være valget av betingelser som er nær PVF maks.

Oppfinnelsen består derfor av **kombinasjonen** av tre meget viktige trekk:

a) Anvendelse av minst tre partikkelformige materialer som er uløselige i et fortrinnsvis vandig medium, og fortrinnsvis mineralske, idet minst ett av disse er en oljesement eller et sammenlignbart hydraulisk bindemiddel, idet de (minst) tre størrelsesområder er "usammenhengende" (se ytterligere beskrivelse),

og

b) utvelgelse av andelene av de faste stoffer definert under a) i forhold til væsken, fortrinnsvis vann eller "blandevann", slik at det oppnådde fluid bør befinne seg i tilstanden for forhindret sedimentering,

og

- c) utvelgelse av andelene av de faste stoffer definert under a) i forhold til hverandre og i henhold til deres respektive størrelsesområder slik at driften gjennomføres ved PVF maks. for alle de partikler som kommer i betraktning eller så nær PVF maks. som mulig.

Man har sett at terskelen for den "forhindrede sedimentering" hverken er blitt nådd eller kommet nær opptil i tidligere kjent teknikk i sammenheng med oljesement. Fagfolkene innenfor dette området har derimot passet på å holde konsentrasjonene av fast stoff lave nok til å være sikre på å unngå de alvorlige problemer som kunne forutsees, på grunn av den altfor høye forutsigbare viskositet og egenskapenes høye følsomhet, spesielt gjelder dette viskositeten, i sammenheng med væskeinnholdet, en følsomhet som fagfolkene alltid forsøker å redusere.

Når det gjelder kriteriet i sammenheng med PVF, har dette kriteriums betydning aldri blitt nevnt i den generelle tidligere teknikk for partikkelformige materialer. Reologien, det frie vann, sedimenteringen, fluidtapsreguleringen, trykkfastheten, blandbarheten og permeabiliteten er på fordelaktig måte og samtidig blitt forbedret, og alt dette uten at det i hovedsak har vært nødvendig å anvende konvensjonelle organiske additiver.

Foreliggende oppfinnelse består av og tillater kombinasjon av de ovenfor angitte størrelser til svært fordelaktige verdier ved å kombinere mineralmaterialer av forskjellige og på hensiktsmessig måte utvalgte størrelsesområder med sementens størrelsesområde, hvorefter en nøyaktig regulering av egenskaper kan gjennomføres ved tilsetning av bare små mengder konvensjonelle organiske additiver.

Midlene ifølge foreliggende oppfinnelse er radikalt forskjellige fra all tidligere lære som er blitt akkumulert og anvendt i mange tiår med de ovenfor nevnte resultater, og videre har den etablerte rutine medført definisjonen av presise standarder, så som f.eks. API (American Petroleum Institute) for bariumhydroksyd og hematitt, fra hvilken foreliggende oppfinnelse også avviker. I motsetning til den tidligere kjente teknikk som består i tilsetning, i svært presise, sjeldne tilfeller av anvendelse, av fine partikler, så som mikro-silisiumdioksyd, med den kjente ulempe at viskositeten øker og med den effekt at det finner sted sementhydratisering, anvendes det i foreliggende oppfinnelse (under de ovenfor nevnte spesifikke betingelser) partikler hvor dimensjonene kan være store. I den tidligere kjente teknikk er partikler med større diameter aldri blitt tilsatt, idet den generelle mening er at en klassisk, differensiert sedimentering ville finne sted.

Dette er virkelig tilfelle dersom læren ifølge tidligere kjent teknikk anvendes, og hvor generelt bare to partikkelstørrelser anvendes. Uten å være begrenset av noen teori synes det som om den tidligere kjente teknikk aldri har oppnådd å mestre

et for viktig antall parametere som forekommer i reologi etc. dersom det er mer enn to størrelsesområder.

Foreliggende oppfinnelse er i motsetning til dette basert på et radikalt motsatt konsept, nedenfor kalt "multimodalt". Dette konsept har tillatt samtidig blanding av mer enn to forskjellige størrelsesområder, inkludert store dimensjoner. Resultatet har vært at dersom minst en liten mengde fine stoffer har vært blandet, og at de tre ovennevnte kriterier har vært tatt hensyn til på samme tid, har det ikke funnet sted noe sedimentering av betydning, men på svært uventet måte ble alle viktige egenskaper for oppslemmingen forbedret uten noen anvendelse av konvensjonelle
10 additiver.

Det "multimodale" konsept (samt dette konsepts optimale realisering som utgjøres av "multikontinuiteten" for partikkelformige faser) i henhold til foreliggende oppfinnelse skal forklares nærmere i den følgende detaljerte beskrivelse.

Det står i forbindelse med det foran nevnte PVF-trekk, og er først og fremst basert på anvendelsen av mineralpartikler med stor dimensjon (de "store"). Dette
15 står i absolutt motsetning til vedvarende tidligere lære i den tidligere kjente teknikk innenfor oljeindustrien.

Foreliggende oppfinnelse har overvunnet denne hindring ifølge tidligere kjent teknikk ved samtidig anvendelse av fine (mineral)-partikler ("finstoffene"), og det er blitt oppdaget at samvirkningen mellom de "store", sementen ("medium") og de
20 "fine" stoffer stabiliserte fluidet i stedet for å føre til de forventede ulemper (sedimentering, viskositetsøkning) ifølge læren i tidligere kjent teknikk. Oppfinnelsen i henhold til de ovenfor angitte trekk gjør det til og med mulig å inkorporere "svært store" partikler.

Oppfinnelsen gjør det i noen tilfeller til og med mulig ikke lenger å anvende oljesement, noe som skal beskrives ytterligere.
25

Oppfinnelsen reduserer i alle fall i betydelig grad kostnadene for oljesement-opslemminger, noe som er et krav som aldri er blitt innfridd i løpet av ca. 10 år i oljeindustrien. Straks dette "multimodale" konsept er blitt fastslått, er de forskjellige
30 kombinasjoner mellom sementen, én eller flere "fine stoffer", én eller flere "store" eller lignende blitt forsøkt mangedoblet. Alle resultater har vært konvergerende.

I henhold til det ovenfor angitte prinsipp ved foreliggende oppfinnelse som består av inkorporering av de "store" partikler i kombinasjon med "fine" og eventuelt "svært fine" partikler, er det blitt bemerket at en "trimodal" kombinasjon av den ytter-
35 ligere type (ikke på begrensende måte):

- sement (midlere dimensjon = 10-20 μm)
- "fine" (midlere dimensjon = 1 μm)
- "svært fine" (midlere dimensjon = 0,1-0,15 μm)

allerede tillot den nesten perfekte oppnåelse av alle ovenfor nevnte fordeler. Fraværet av konvensjonelle additiver skal selvsagt bemerkes. Det synes i dette tilfelle som om sementen virker som "stor" partikkel.

Videre forbedrer imidlertid en "tetramodal" kombinasjon av den ytterligere
5 type (heller ikke på begrensende måte):

- "stor" (midlere dimensjon ca. 200-350 μm)
- "medium" sement (midlere dimensjon = 10-20 μm)
- "fine" (midlere dimensjon = 1 μm)
- "svært fine" (midlere dimensjon = 0,1-0,15 μm)

10 alle de ønskede egenskaper.

På oppsiktsvekkende måte oppnås dessuten ved tilsetning av store eller svært store partikler, så som sand, den kostnadsreduksjon for oppslemmingen som industrien uten suksess har prøvd å oppnå i løpet av de siste 10 årene.

Det er på overraskende måte blitt bemerket at til tross for de svært høye
15 konsentrasjoner av fast materiale i henhold til oppfinnelsen, ble blandingsvevnen betraktelig forbedret. Den er i virkeligheten kjent for å være en avgjørende egenskap for olje-sementoppslemminger, som blant annet er standardisert av API.

Som et annet viktig trekk gjør oppfinnelsen det mulig å redusere reologifølsomheten mot ytre trekk (så som fluidtap, osv.).

20 Sementoppslemmingen som anbringes i ringrommet gjennomgår kjemiske byttereaksjoner med mediet som omgir den. Dette er den velkjente fare ved "dehydratisering" av oppslemmingen eller "brodannelse" som selvsagt forårsaker at den mister alle sine viktige egenskaper. Faren er selvsagt større dersom faststoffkonsentrasjonen er høy.

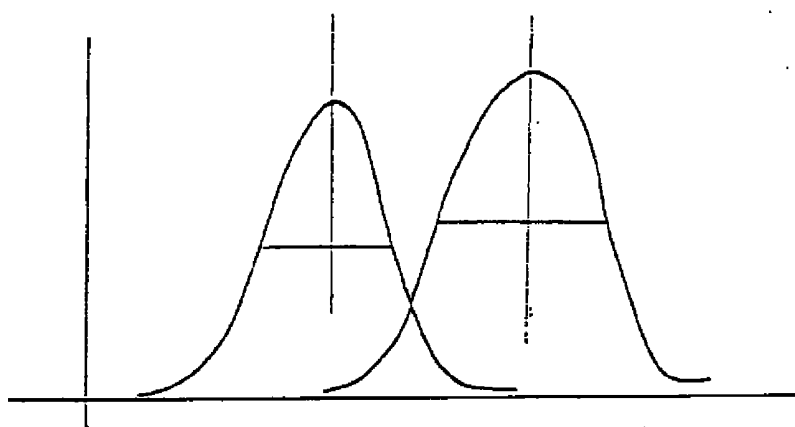
25 Dette er én av grunnene til at det ved tidligere kjent teknikk for å minimere denne risiko aldri ble arbeidet ved høye faststoff-konsentrasjoner.

I motsetning til dette arbeider foreliggende oppfinnelse over den sedimenteringsterskel som fører til den forhindrede sedimenteringstilstand. Den vel-etablerte tidligere kjente teknikk ble anvendt for å lære at en svært høy dehydratiseringsrisiko da skulle opptre. Den finner imidlertid ikke sted takket være PVF-maks.-
30 kriteriet. Oppfinnelsen forbedrer derfor også driftssikkerheten.

Den "tetramodale" måte vil generelt foretrekkes fremfor den "trimodale" måte.

Et avgjørende kjennetegn som må respekteres, er at de anvendte størrelsesområder ikke på bred måte overlapper hverandre.

35 I praksis kan det stort sett ansees at det kriterium som skal respekteres er at kurvene for størrelsesområde har en avstand ("offset") på minst en halv topp-avstand, som angitt nedenfor.



5 Dette kriterium kan så grovt symboliseres ved begrepet de "usammenhengende størrelsesområder", som skal anvendes i det følgende for å oppnå større klarhet.

Det er f.eks. blitt oppnådd svært gode resultater med et avstandsforhold på ca. 5 til 50 og fortrinnsvis ca. 10, mellom hver gjennomsnittlige dimensjon, slik det er vist i henhold til de ovenfor angitte eksempler for tri- og tetramodal, men ikke på begrensende måte.

10 Den "pentamodale" måte, etc. produserer derfor resultater som er minst like interessante som resultatene angitt ved en tetra- eller også tri-modal måte. Den ytterligere egenskapsgevinst er imidlertid forbundet med ytterligere kompleksitet, og disse måter, selv om de er realiserbare og anvendbare, vil være mindre foretrukket, med unntak av noen svært spesielle anvendelser.

15 De ytterligere kombinasjoner skal også angis (i henhold til ovenfor nevnte kriterier) mellom de ytterligere kategorier (ikke på begrensende måte):

- "svært stor", f.eks. sand for glassfremstilling, knuste avfallstyper (midlere dimensjon >1 mm), og/eller
- "stor", f.eks. sand eller knuste avfallstyper (midlere dimensjon = 200-800 μm), og/eller
- 20 - "medium", et materiale så som sement eller et annet hydraulisk bindemiddel eller knuste avfallstyper (midlere dimensjon 10-20 μm), og
- "fine partikler", f.eks. en mikrosement eller typer av mikroflyveasker eller andre mikro-slaggtyper (midlere dimensjon 0,5-10 μm), og/eller
- 25 - "svært fine" partikler, f.eks. en lateks eller pigmenter eller polymere mikrogeler, så som en vanlig tetningstilsats (midlere dimensjon 0,05-0,5 μm), og/eller
- "ultrafine" partikler, så som kolloidalt silisiumdioksyd eller aluminiumoksyd, etc. (midlere dimensjon 7-50 nm).

"Ultrafine" partikler anvendes f.eks. bare i tilfeller hvor det er ønskelig med en ekstrem stopping eller plugging i et aggressivt medium og f.eks. ved høy temperatur, dersom kostnader ikke er det viktigste trekk.

I mange tilfeller vil det være mulig å unngå anvendelsen av "svært fine" partikler. Den ytterligere forbedring i egenskapene som tilveiebringes ved tilsetning av "svært fine" partikler kan være økonomisk uprofitabel, spesielt når det gjelder filtratregulering. Det skal bemerkes at dette er mulig takket være de svært viktige forbedringer som allerede er oppnådd i henhold til oppfinnelsen ved en kombinasjon som ikke inkluderer noen "svært fine" partikler, idet forbedringen gjør det mulig å gjøre bruk av svært små mengder kostbare organiske additiver.

I praksis, noe som vil bli vist ved hjelp av de følgende eksempler, kan hoveddelen av vanlig sementering oppnås (alltid med henblikk på de tre grunnleggende og forannevnte kriterier) med kombinasjoner av typen (på ikke-begrensende måte):

- svært stor
- 15 - stor
- medium (f.eks. sement)
- fin
- eller
- stor
- 20 - medium (f.eks. sement)
- fin
- eller
- stor
- medium (knuste avfallstyper)
- 25 - fin (mikrosement)
- eller
- stor
- medium (knuste avfallstyper)
- fin (mikro-flyveaske, etc.)

30 og andre kombinasjoner som vil være tydelige for fagfolk.

I det sistnevnte tilfelle skal fraværet av sement bemerkes.

I henhold til én utførelse består foreliggende oppfinnelse generelt i kombinasjonen av:

- A. "Store" partikler med en midlere dimensjon på ca. 100-300, fortrinnsvis 35 200 μm , valgt blant f.eks. sand, silisiumdioksyd, karbonat, bariumhydroksyd, hematitt eller andre jernoksyder, karbon, svovel og noe knust plast-industriavfall eller annet.
- B. "Medium" partikler (ca. 10-20 μm), f.eks. en oljesement.
- C. "Fine" partikler (ca. 1 μm) valgt blant:

- karbonater (marmor, kritt, kalsitt)
- bariumhydroksyd ("Blanc fixe")
- hematitt og andre jernoksyder
- silisiumdioksyd, karbon, svovel eller lignende
- 5 - og noen fine industrielle avfallstyper.

D. "Svært fine" partikler (ca. $0,1 \mu\text{m}$), som f.eks. en lateks, et silisiumdioksyd-kondensat (silika-røk) eller et kondensat av manganoksyd-røktyper.

Området for relative andeler for de forskjellige typer partikkelformige materialer vil ikke bli angitt her. Disse prosentmengder av A, B, etc. må fastslås i henhold til oppnåelseskriteriet for PVF maks. eller for en PVF så nær som mulig til PVF maks. Det forutsettes at beregningen av PVF er kjent og vanlig. Den er basert på kjente forhold, inkludert et "borekaks" av hver størrelsesorden for hver komponent av den partikkelformede blanding. I de følgende eksempler er PVF-verdiene blitt oppnådd ved å dele hver kurve for størrelsesområdet for hver komponent i 31 "fraksjoner".

Som beskrevet vil det også være svært profitabelt å anvende "svært store" partikler ($>1 \text{ mm}$) og, når det gjelder tilfeller hvor de tekniske problemer som skal løses er ekstreme, "ultrafine" partikler. En spesielt profitabel kombinasjon vil være av den "trimodale" type:

- 20 - sand av stor type (glassfremstiller-sand), $350 \mu\text{m}$
- materiale (noe knust industrielt avfall), $10\text{-}20 \mu\text{m}$
- mikrosilika eller industrielle avfallstyper, $0,5\text{-}3 \mu\text{m}$

idet denne kombinasjon tilsettes en svært liten mengde ($0,5\%$ i forhold til de faste stoffer) tetningstilsats og eventuelt svært små mengder andre vanlige organiske additiver for å optimalisere og foredle fluidegenskapene.

De følgende eksempler illustrerer oppfinnelsen uten imidlertid å begrense dens ramme.

Eksempel 1

30 En sementoppslemming med normal densitet på $1,89 \text{ g/cm}^3$ ble oppnådd med den følgende blanding ("trimodal"):

- Silisiumdioksyd ($180 \mu\text{m}$), 23 vekt% av faste stoffer
 - Sement (ca. $20 \mu\text{m}$), 51 vekt% av faste stoffer
 - Dyckherhoff API klasse "G"
 - 35 Tropisk versjon "Gulf"
 - Bariumhydroksyd ("Blanc fixe") (ca. $1 \mu\text{m}$), 26 vekt% av faste stoffer
- (alle partikkeldimensjoner er midlere verdier).

Det ble oppnådd en porøsitet på 59% , og videre ble det oppnådd følgende reologi etter blanding:

PV = 25 cP

Ty = 27,3 Pa

Det skal bemerkes at uten noen kjemiske additiver er reologien allerede forholdsvis lav og er da riktig.

5 Fritt vann: 0

Trykkfasthet: 23 MPa etter 24 timer ved 85°C.

Eksempel 2

En lettgjort sementoppslemming med en densitet på 1,44 g/cm³ ble oppnådd med følgende blanding ("trimodal"):

- Knuste plastavfallstyper (300 µm), 24 vekt% av faste stoffer
 - Sement (som eksempel 1), 50 vekt% av faste stoffer
 - Fint karbonat (ca. 2 µm), 26 vekt% av faste stoffer
- Porøsiteten er 56%.

15 Det største problem med slike oppslemminger, dvs. deres velkjente stabilitetsdefekt, løses uten noen kjemiske additiver, og det observeres ingen sedimentering.

Innholdet av fritt vann er bare 3 ml/250 ml, noe som betyr ca. 1%, og som er et utmerket resultat.

20 Trykkfastheten er 10 MPa etter 24 timer ved 85°C.

Eksempel 3

En tung sementoppslemming med densitet 2,1 g/cm³ ble oppnådd med følgende blanding ("trimodal"):

- 25 - Stor hematitt (300 µm), 58 vekt% av faste stoffer
 - Sement (som eksempel 1), 20 vekt% av faste stoffer
 - Industrielt avfall av jernoksydtype (ca. 2 µm), 22 vekt% av faste stoffer
- Porøsiteten er 57%.

Reologien etter blanding er:

30 PV = 15 cP

Ty = 2,9 Pa

Trykkfastheten etter 24 timer ved 85°C er 15 MPa.

Eksempel 4 - Blandbarhetsforsøk

35 Det ble fremstilt forskjellige sementoppslemminger i henhold til API-standardene, med en basis av "Dyckerhoff"-sement API klasse G, tropisk versjon ("Gulf").

Oppslemmingene gjennomgikk blandbarhetstesten i henhold til API-standardene.

Blandingene, egenskapene og resultatene er samlet i den følgende tabell I.

For hver test ble det gjort en sammenligning mellom en oppslemming som var sammensatt i henhold til fremgangsmåtene i tidligere kjent teknikk, nemlig uten å ta hensyn til de tre ovenfor nevnte kriterier og ved å forsøke å øke faststoff-innholdet, og en oppslemming sammensatt i henhold til oppfinnelsen. Sammenlignings-opslemmingene er **tydelig** umulige å blande, mens derimot oppslemmingene i henhold til oppfinnelsen er **tydelig** blandbare.

Dette er ganske overraskende med tanke på de tilsatte additiver og andelen av disse.

10 Forsøkene nr. 6 og 8 skal spesielt bemerkes.

Forsøk nr. 5 (35 vekt% silisiumdioksyd i forhold til sementen) tilsvarer en oppslemming som er alminnelig kjent i tidligere teknikk som umulig å anvende fordi den i praksis ikke lar seg blande, med unntak av i nærvær av en stor mengde av et vanlig fordelingsmiddel.

15 I test nr. 6 i henhold til oppfinnelsen og som inneholder samme mengde silisiumdioksyd og som har samme densitet og samme forhold faststoff/væske, fører derimot valget av kriterier for størrelsesområdet i henhold til oppfinnelsen til en oppslemming som ganske lett kan blandes og støpes uten noe fordelingsadditiv.

Når det gjelder det siste forsøk (nr. 8), gjør optimaliseringen av PVF det mulig
20 ved inkorporering av 85% silisiumdioksyd å oppnå en blandbar oppslemming med en høy densitet, mens den klassiske silikamel-baserte sammensetning er umulig å blande ved den samme densitet.

Eksempel 5 - Forsøk med fint jernoksyd

25 Som angitt i den første del av den følgende tabell II, ble oppslemminger fremstilt av "Dyckerhoff"-sement klasse G API tropisk versjon "Gulf". De oppnådde densiteter er også angitt.

Testresultatene er samlet i den andre del av tabell II.

Det skal bemerkes at oppslemmingens stabilitet er utmerket, spesielt når de
30 lave reologiverdier tas i betraktning.

Forsøk nr. 8 viser bl.a. et nærmest fullstendig fravær av avsetning (se Δp) og fritt vann for en oppslemming hvor skjærkraft-terskelen T_y og den plastiske viskositet er svært lave.

Når det gjelder forsøk nr. 1, fremgår det at selv ved en ekstremt høy densitet
35 gjør oppfinnelsen det mulig å definere et perfekt pumpbart fluid.

Eksempel 6

Oppslemming nr. 9 i tabell II ble igjen tatt opp:

- sement, 47 vekt% av faste stoffer

- silisiumdioksyd ($180 \mu\text{m}$), 26 vekt% av faste stoffer
- jernoksyd ($2 \mu\text{m}$), 27 vekt% av faste stoffer

og det ble gjort forsøk på å optimalisere denne oppslemming med svært små additivmengder:

- 5 - tetningstilsats av type akrylisk terpolymer:
0,91% av sementens vekt
- sedimenteringsforsinkende middel av type lignosulfonat:
0,14% av sementens vekt.

Ved 85°C er sedimenteringstiden 6 timer og 50 minutter, og API-fluidtapet er

10 111 ml etter 30 minutter.

Dette eksempel viser at oppfinnelsen gjør det mulig å oppnå en oppslemming hvor egenskapene er gode med bare små mengder vanlig additiv og følgelig til lave kostnader.

TABELL I

For- søk nr.	Partik- kelformig additiv*	Konsen- trasjon % BWOC	Densitet i g/cm^3	PVF	Porø- sitet (%)	Forhold faststoff/ væske	Bland- barhet
1	FS	35	2,04	0,732	48,34	1,075	Nei
2	SA	35	2,04	0,765	48,34	1,075	Ja
3	FS HE	60 4,78	2,04	0,740	47,62	1,105	Nei
4	SA RI	60 4,155	2,04	0,787	47,62	1,105	Ja
5	FS HEM	35 25,7	2,16	0,740	47,62	1,106	Nei
6	SA RI	35 21,69	2,16	0,802	47,62	1,106	Ja
7	FS HEM	35 63,21	2,28	0,749	47,62	1,105	Nei
8	SA RI	85,1 91,36	2,28	0,847	47,62	1,105	Ja

15

*FS = silikamel ($20 \mu\text{m}$)
SA = sand ($180 \mu\text{m}$)
HE = hematitt ($100 \mu\text{m}$)

RI = industriavfall av type jernoksyder (ca. 2 μm)

BWOC = av sementens vekt

TABELL II (1)

Forsøk	Sement (volum- fraksjon)	Silisiumdi- oksyd 180 μm (volumfraksjon)	Jernoksyd 2 μm (volumfraksjon)	Densitet
				(g/cm ³)
1	0,3	0,2	0,5	2,62
2	0,7	0,2	0,1	2,15
3	0,3	0,65	0,05	1,98
4	0,7	0,25	0,05	2,08
5	0,5	0,2	0,3	2,39
6	0,3	0,425	0,275	2,30
7	0,7	0,225	0,075	2,11
8	0,5	0,45	0,05	2,03
9	0,5	0,325	0,175	2,21

5 **Fremstilling av oppslemmingene**

- API-blandebetingelser
- porøsitet 50%
- 295,14 g vann og 6 g fordelingsmiddel av type polynaftalen- sulfonat

10

TABELL II (2)

For- søk nr.	T 1bf/ 100 sgft	y + Pa	Pv cp	T 1bf/ 100 sqft	y * Pa	Pv* cp	Δp 1b/ gal	(o) g/cm ³	Fritt vann ml/ 250ml
1	84,3	40,3	127	121	57,9	196	0	0	0,3
2	9,8	4,7	45,4	22,9	10,9	63	0,5	0,06	2
3	0,2	0,1	22,1	1,1	0,5	7,0	1,7	0,20	28
4	6,2	2,3	44,4	12,9	6,17	52	0,7	0,08	2
5	28,2	13,5	46,8	42,8	20,5	79	0,1	0,01	1
6	7,5	3,6	27,8	10,4	5	30,6	0,7	0,08	2
7	6,5	3,1	46,1	15,1	7,2	52,1	0,5	0,06	2
8	0,9	0,4	28,3	5,2	2,5	27,7	1,1	0,13	1
9	7,9	3,8	29,6	13,9	6,7	37,6	0,5	0,06	3,5

(+) Etter blanding

(*) Etter 20 minutter ved 27°C

- (o) "BP"-test: Densitetsforskjellen måles mellom toppen og bunnen av en sementkolonne

Patentkrav

5

1. Sementoppslemming for sementering av olje-, vann-, gassbrønner, geotermiske brønner og lignende, omfattende et blande fluid slik som vann og en uopløselig partikkelformig blanding omfattende minst tre størrelsesdistinkte partikkelformige materialer valgt fra gruppen som omfatter:

- 10 i) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse større enn 1 mm, for eksempel sand for glassfremstilling eller knuste avfallstyper ("svært store");
- ii) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 200-800 μm , for eksempel sand eller knuste avfallstyper ("store");
- 15 iii) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 10-20 μm , for eksempel materialer av typen hydraulisk materiale eller et annet bindemiddel, eller knuste avfallstyper ("medium");
- iv) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 0,5-10 μm , for eksempel mikromateriale, eller typer av flyaske eller andre mikroslaggtyper ("fine");
- 20 v) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 0,05-0,5 μm , for eksempel lateks eller pigmenter eller polymerer, så som en vanlig tetningstilsats ("svært fine");
- vi) partikler med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 7-50 nm, for eksempel så som kolloidalt, godt dispergerbart silisiumdioksid eller aluminiumoksid ("ultrafine");
- 25

hvor minst ett av det valgte partikkelformige materialet omfatter medium-partikler av bindemiddel slik som sement, minst ett av det valgte partikkelformige materialet har en gjennomsnittlig dimensjon som er finere enn sement, de relative andeler av de størrelsesdistinkte partikkelformige materialene er slik at pakkingsvolumfraksjonen av den partikkelformige blandingen er maksimal for den valgte kombinasjonen av faste materialer, og konsentrasjonen av faste partikkelformige materialer i det blandede fluidet er slik at slammet innehar en tilstand for forhindret sedimentering, hvor de faste partiklene oppfører seg samlet som et fast porøst materiale.

35

2. Sementoppslemming ifølge krav 1, karakterisert ved at denne inneholder en kombinasjon av "svært store", "store", "medium" og "fine" partikkelformige materialer.

40

3. Sementoppslemming ifølge krav 1,
karakterisert ved at denne inneholder en kombinasjon av "svært store",
"medium" og "fine" partikkelformige materialer.

5 4. Sementoppslemming ifølge kravene 2 eller 3,
karakterisert ved at kombinasjonen ytterligere omfatter "svært fine"
partikler.

5. Sementoppslemming ifølge kravene 2 til 4,
10 karakterisert ved at kombinasjonen ytterligere omfatter "ultrafine"
partikler.

6. Sementoppslemming ifølge ethvert av kravene 1 til 5,
karakterisert ved at det dessuten omfatter en tilstrekkelig andel av vanlige
15 additiver for sementering på oljefelt (sedimentering).

7. Sementoppslemming ifølge krav 1,
karakterisert ved at kombinasjonen av partikkelformig materiale
inneholder
20 - 24 vekt% av de faste stoffer, knust plastavfall (ca. 300 μm),
- 50 vekt% av de faste stoffer, av oljesement (ca. 20 μm),
- 26 vekt% av de faste stoffer, av fint karbonat (ca. 2 μm) med en densitet på
1,44 g/cm³.

25 8. Sementoppslemming ifølge krav 1,
karakterisert ved at kombinasjonen av partikkelformig materiale
inneholder
- 23 vekt% av de faste stoffer, silisiumdioksyd (ca. 180 μm),
- 51 vekt% av de faste stoffer, av oljesement (ca. 20 μm),
30 - 26 vekt% av de faste stoffer, av baritt (fixed white) (ca. 1 μm) med en
densitet på 1,89 g/cm³.

9. Sementoppslemming ifølge krav 1,
karakterisert ved at kombinasjonen av partikkelformig materiale
35 inneholder
- 58 vekt% av de faste stoffer, stor hematitt (ca. 300 μm),
- 20 vekt% av de faste stoffer, av oljesement (ca. 20 μm),
- 22 vekt% av de faste stoffer, industrielt avfall av type jernoksyd (ca. 2 μm)
med en densitet på 2,1 g/cm³.

10. Fremgangsmåte for sementering av olje-, gass-, vannbrønner, geotermiske brønner og lignende, karakterisert ved at en oppslemming ifølge hvilket som helst av kraven 1-14 injiseres i brønnen.