



中华人民共和国国家标准

GB/T 33293—2016

常压下油井水泥收缩与膨胀的测定

**Determination of shrinkage and expansion of well cement formulations
at atmospheric pressure**

(ISO 10426-5:2004, Petroleum and natural gas industries—
Cements and materials for well cementing—
Part 5: Determination of shrinkage and expansion of well
cement formulations at atmospheric pressure, MOD)

2016-12-13 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 取样	1
5 常压水浴条件下收缩和膨胀的测定——环形试验	1
6 常压密闭条件下收缩和膨胀的测定——薄膜试验	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 10426-5:2004《石油天然气工业 固井用水泥和材料 第 5 部分:常压下油井水泥收缩与膨胀的测定》。

本标准与 ISO 10426-5:2004 相比存在结构变化,增加了 5.2.1.4,删除了 ISO 10426-5:2004 中的 3.3。

本标准与 ISO 10426-5:2004 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示。

本标准与 ISO 10426-5:2004 的技术性差异及其原因如下:

- 修改了“1 范围”,因为 ISO 10426-5:2004 的“1 范围”论述笼统,没有包括具体的测试方法,不适应我国标准编写要求(见第 1 章);
- 关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:
 - 用 GB/T 19139 代替了 ISO 10426-5:2004 中引用的 ISO 10426-2:2003(见第 2 章);
 - 增加了引用文件“GB/T 10238 油井水泥”(见第 2 章)。
- 删除了 ISO 10426-5:2004 的“3.3 hydration shrinkage”术语,因为“3.3 hydration shrinkage”在 ISO 10426-5:2004 的“Introduction”中出现,而本标准删除了“Introduction”,所以本标准删除了“3.3 hydration shrinkage”(见 ISO 10426-5:2004 的 3.3);
- 增加了“5.2.1.4 改造的注射器”,因为在试验中需要注射器,而且改造后才能适用于本标准(见 5.2.1.4)。

本标准做了下列编辑性修改:

- 将标准名称修改为《常压下油井水泥收缩与膨胀的测定》;
- 删除了 ISO 10426-5:2004 的前言和引言;
- 删除了 ISO 10426-5:2004 中相关参数 USC 单位的量值,全部采用 SI 单位;
- 删除了 ISO 10426-5:2004 中采用 USC 单位的公式,本标准均采用 SI 单位制公式。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会(SAC/TC 355)提出并归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司石油工程技术研究院。

本标准主要起草人:丁士东、汪晓静、周仕明、陶谦、陈雷、张明昌、肖京男、刘小刚。

常压下油井水泥收缩与膨胀的测定

1 范围

本标准规定了常压水浴条件下油井水泥收缩与膨胀的测定方法,以及常压密闭条件下油井水泥收缩与膨胀的测定方法。

本标准适用于常压下油井水泥收缩与膨胀的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 10238 油井水泥(ISO 10426-1:2009,MOD)

GB/T 19139 油井水泥试验方法(ISO 10426-2:2003,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

体积膨胀 bulk expansion

水泥样品外观体积或尺寸的增加。

3.2

体积收缩 bulk shrinkage

水泥样品外观体积或尺寸的减小。

4 取样

4.1 总则

本标准进行水泥浆试验可能需要纯水泥或水泥混料、固体和液体外加剂以及拌合水样品。应采用现有的最佳取样技术,以确保实验室试验条件、材料与现场尽可能相近。常见的取样器应符合GB/T 19139 的规定。

4.2 方法

按GB/T 19139 的规定执行。

5 常压水浴条件下收缩和膨胀的测定——环形试验

5.1 总则

环形膨胀模具是一种仅用于测量水泥体系线性体积收缩或膨胀性能的试验仪器。该试验方法的目

的是利用环形膨胀模具测量水泥浆在常压水浴条件下的线性体积收缩与膨胀。

水泥膨胀量取决于膨胀剂的用量、水泥细度、水泥浆设计以及养护条件(压力、温度、时间等)。膨胀量受边界条件的影响较大。矿物生长的化学过程在很大程度上取决于应力状态,在应力值最低的情况下,如:孔隙中或边缘处,倾向于发生矿物质生长现象。因此,水泥的收缩或膨胀程度取决于一系列环境条件,试验中无法对所有条件进行明确定义。该试验方法并不完全代表井筒环空的情况。

5.2 仪器

5.2.1 模具

5.2.1.1 模具总则

模具由耐腐蚀材料(如不锈钢)制成,模具实物图见图 1、图 2。模具内环的外径为 50.8 mm,模具内环的内径为 44.8 mm,外部膨胀环的内径为 88.9 mm,模具加工见图 3。



图 1 模具组装俯视图



图 2 模具组装侧视图

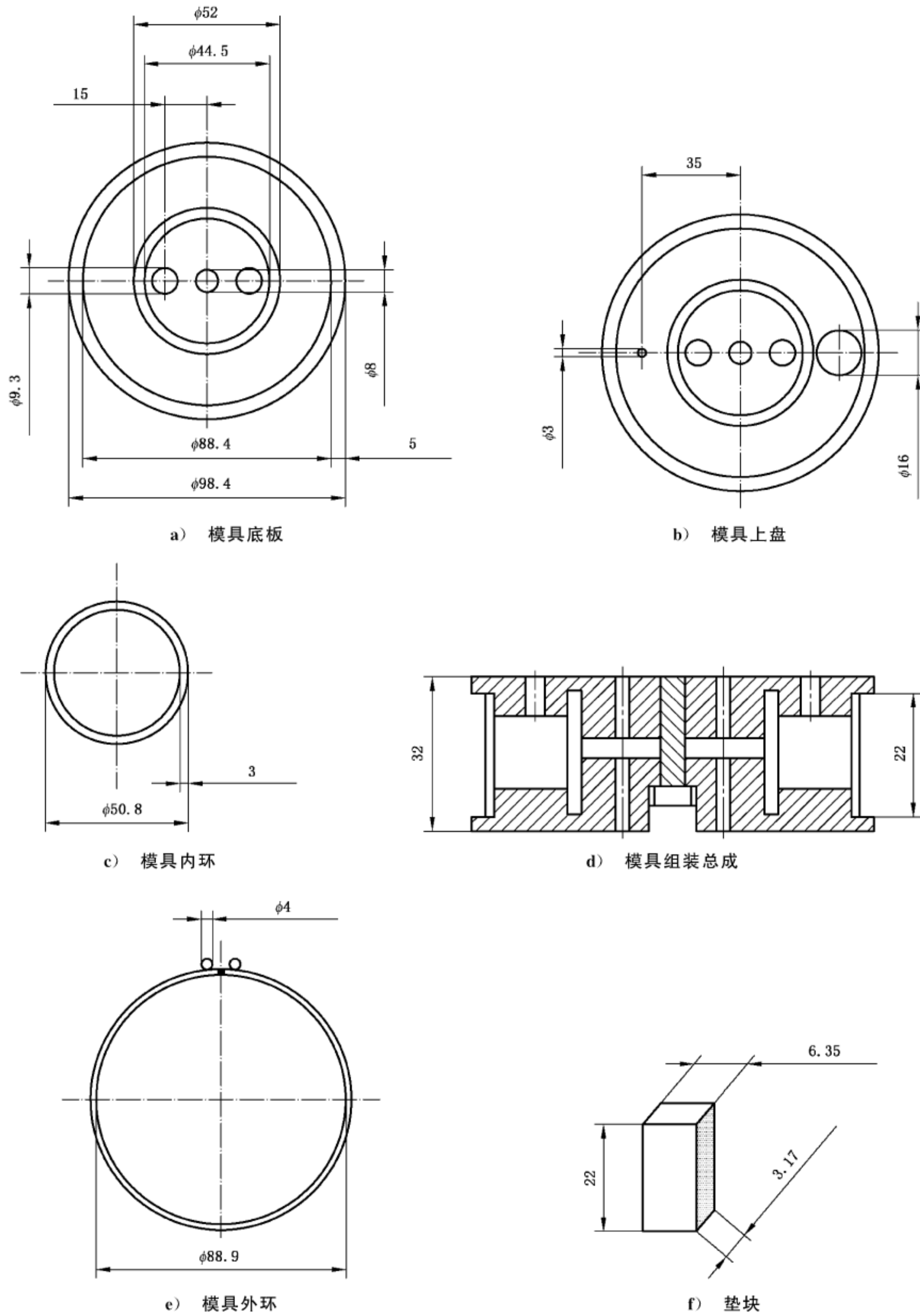
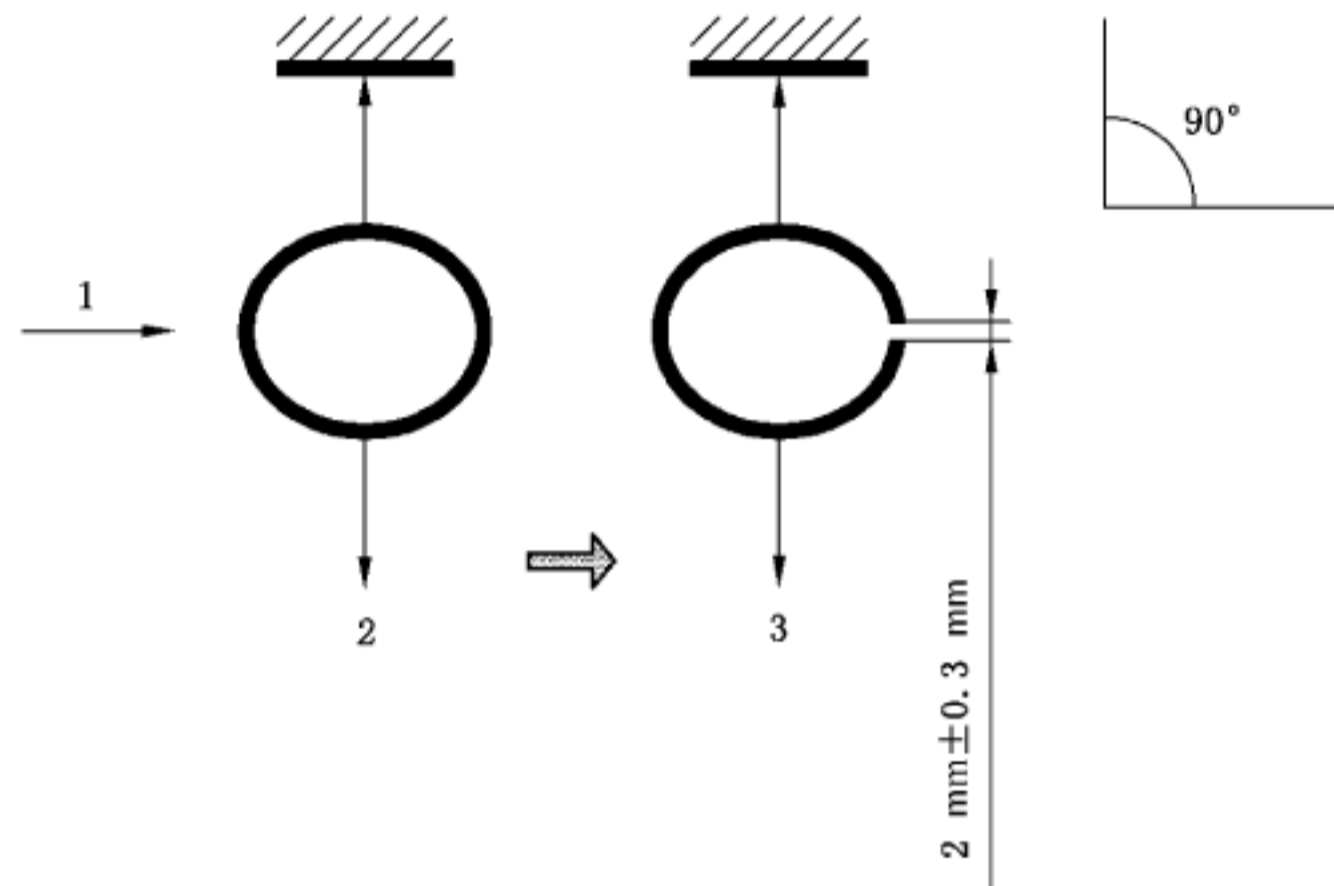


图 3 模具尺寸

5.2.1.2 模具校准

模具外环的弹性应每年校准一次。弹性校准时,在模具上施加 $1\ 000\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 的作用力后,两个测量钢球之间的距离应增加 $2\text{ mm} \pm 0.3\text{ mm}$,同时不会发生永久性变形,见图 4。

应沿着与间隙垂直的方向施加负荷(90°),以避免产生试验误差。试验至少重复测量三次,以求取在标准偏差值为 0.05 mm 条件下的平均值。



说明:

1——环;

2——质量, 0 g ;

3——质量, $1\ 000\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 。

图 4 环的校正方法——弹性测试

5.2.1.3 垫块

垫块仅用于体积收缩测量中。在注水泥浆之前加入垫块,使膨胀外环的直径发生轻微增加,水泥浆终凝时取出垫块,测量水泥石的收缩量。垫块尺寸为 $3.18\text{ mm} \times 6.35\text{ mm} \times 22.00\text{ mm}$,见图 3。为了保证垫块具有与膨胀外环一致的热膨胀性能,垫块应选用与模具一致的材料。

5.2.1.4 改造的注射器

在对注射器进行改造时,将容积为 60 mL 注射器的端部切割掉,使注射器开口扩大到大约 $6.5\text{ mm} \sim 9.5\text{ mm}$ 。

5.2.2 养护水浴

养护水浴箱的尺寸应满足试模全部浸入水中,其温度能保持在试验温度 $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 以内。该水浴箱是常压养护设备,带有搅拌器或循环系统,可加热到 $88\text{ }^\circ\text{C}$ 以上。

5.2.3 冷却水浴

冷却水浴的尺寸应满足试样全部浸入温度保持在 $27\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 范围内的水中,使其从养护温度开始冷却。

5.2.4 温度测量系统

温度测量系统的准确度应校准至 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$,校准次数每月不少于 1 次。校准应按 GB/T 10238 中所

述的方法进行。

5.2.4.1 温度计

温度计的量程应涵盖 $21\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，其最小分刻度不超过 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，精度为 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.4.2 热电偶

应采用合适量程的热电偶系统。

5.2.5 稠化仪

采用常压稠化仪进行搅拌与养护水泥浆。常压稠化仪包括一个圆筒式的旋转浆杯，浆杯内装有一个固定的搅拌叶总成，浆杯放入一个装有温控的液浴内。在水泥浆的搅拌和规定试验条件下，应保证能控制液浴的温度在试验温度 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的范围内，旋转浆杯转速在 $150\text{ r/min}\pm 15\text{ r/min}$ 。搅拌叶和所有与水泥浆接触的浆杯部件应由耐腐蚀材料制成，应符合 GB/T 10238 中的规定。

5.3 试验步骤

5.3.1 模具准备

组装好的模具应密闭不漏水。模具内表面和底板的接触面轻涂一层脱模剂，或保持干燥、清洁。在收缩试验中，将垫块置于外环的开口处。按如下步骤准备试验模具：

- a) 充分清洗模具；
- b) 分别在模具上盘、底板与内部固定环、外膨胀环相接触的位置，各涂抹少量润滑油；
- c) 如有必要，在模具的内环、外环上，以及与水泥浆接触的上盘、底板处，均涂抹一层薄薄的轻质矿物油；
- d) 翻转上盘，将内环、外环放置在上盘上；
- e) 将底板放置在内环、外环上；
- f) 将螺栓插入中心孔，上紧螺栓使模具拧扣合在一起；
- g) 确认可膨胀的外环能够自由旋转，并将大孔调整到外环开口的附近，见图 9；
- h) 在外环开口之间填充少量抗高温润滑脂，此抗高温润滑脂可密封外环的开口，防止水泥浆在凝固之前，从外环开口处泄露；
- i) 测量水泥收缩性能试验中，在垫块上涂抹一层润滑脂，并将其窄面端置于可膨胀外环的开口处，见图 5、图 6。

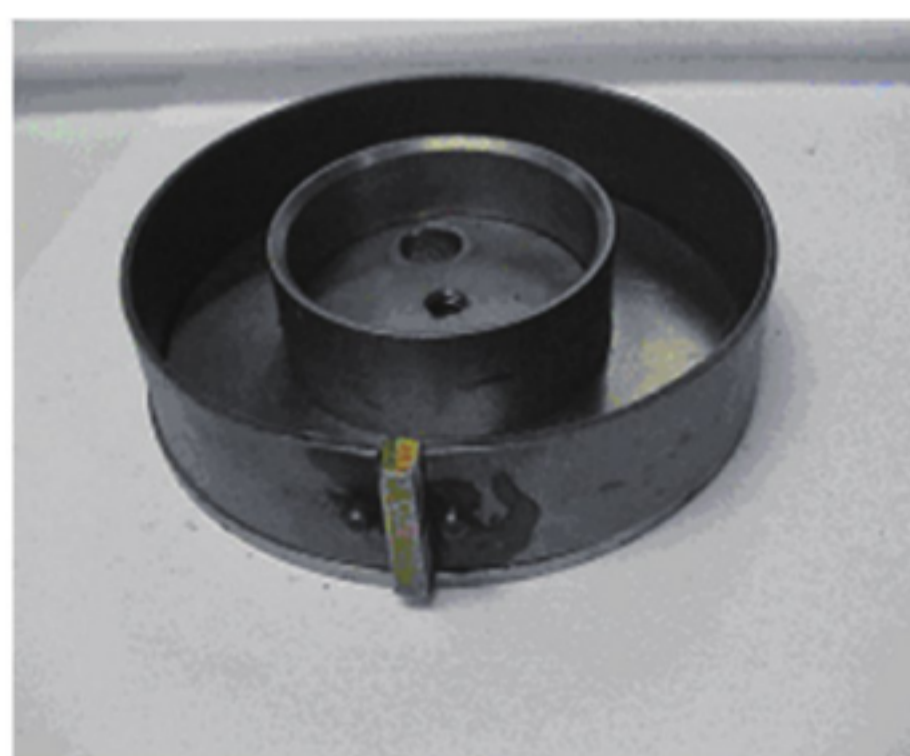


图 5 加有垫块的模具俯视图

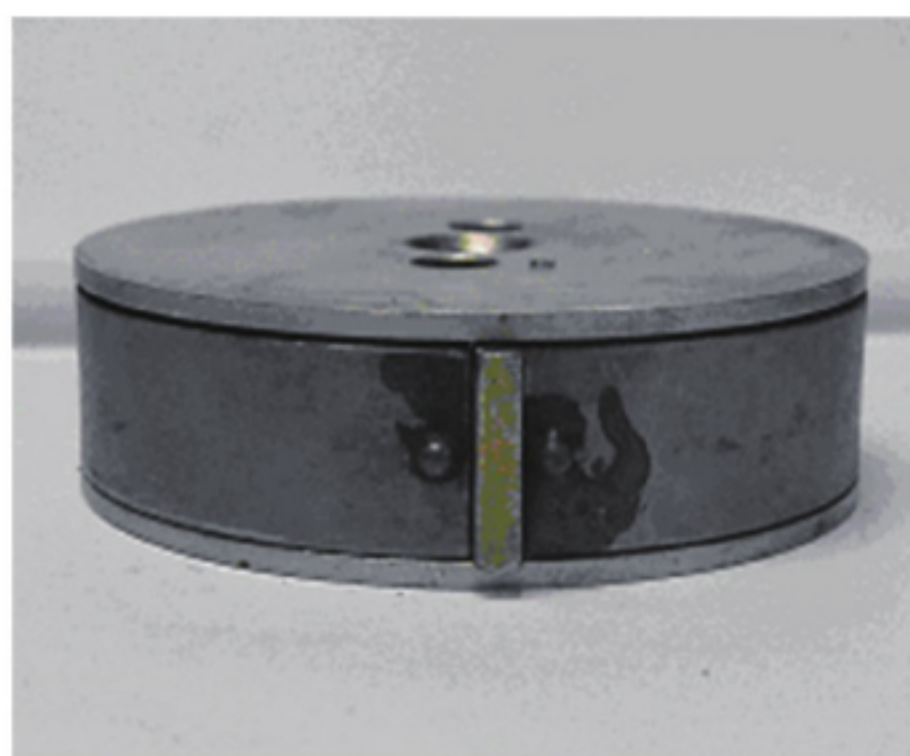


图 6 加有垫块的模具侧视图

5.3.2 水泥浆的准备

5.3.2.1 制备

水泥浆按 GB/T 19139 的方法制备。混合装置的转速应在 $4\,000\text{ r/min} \pm 200\text{ r/min}$ 至 $12\,000\text{ r/min} \pm 500\text{ r/min}$ 之间可调,并每年校准 1 次。除了对搅拌速度进行精确控制,对浆叶的磨损程度也应进行监测。当浆叶质量损失达到 10%,应更换一个新搅拌叶。

如果需要制备大体积的水泥浆,则按照 GB/T 19139 的方法进行。水泥浆密度的测定按照 GB/T 19139 规定进行。

5.3.2.2 搅拌

将制备好的水泥浆立即倒入常压稠化仪浆杯中进行搅拌,浆杯的起始温度应为室温,以避免对温度敏感的水泥浆受到热冲击。水泥浆的升温程序应尽可能模拟现场实际,参见 GB/T 19139 中水泥浆稠化时间试验方案,水泥浆应加热到设定的试验温度,最高不超过 $88\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.3 水泥浆的养护

用搅拌棒再次搅拌已加热到设定试验温度的水泥浆,确保浆体均匀受热。将水泥浆倒入环形模具盖板外侧的大孔中(模具在烘箱中预热至试验温度)。模具盖板的小孔是注水泥浆时的排气孔。水泥浆从小孔中溢出,表明模具已注满。对于较稠的水泥浆,需敲击或振动模具,以确保模具内完全注满水泥浆。如果浆体流动性太差,难以自由注浆,应使用改造后的注射器将水泥浆通过环形模具盖板的大孔,注入模具中。将活塞下压到注射器底部,再将注射器放入水泥浆中,缓慢抽动活塞,将水泥浆吸入注射器中,然后注入模具的大孔中。重复此过程,直至水泥浆装满模具。

水泥浆装满模具后,置入预先加热到试验温度的水浴箱中。整个试验阶段,水泥浆与水发生接触。养护结束后,将试样的温度降至 $77\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下。

水泥石具有可渗透性,进入的水可弥补水泥石内部的收缩。如果水泥浆在水化过程中发生膨胀,则环型模具的外径产生膨胀。

5.3.4 试验周期

试验周期是从试样在常压稠化仪内升温结束到养护结束所经过的时间。需定期对水泥样品进行测量,以确定样品仅发生膨胀而不是收缩。

5.4 测量与计算

水泥浆注满模具后,立即用千分尺对模具进行初始测量,然后进行常压水浴养护。打开安装在高度调节垫板上的千分尺,放置在模具旁边,测量可膨胀外环开口两侧两个钢球之间的距离。

养护结束后,以同样的方法再进行一次测量。如果试验中使用了垫块,应小心地拆除垫块,垫块移除期间,不得使可膨胀外环发生扩张,然后使用精度可达到 0.02 mm 的千分尺,测量两个钢球间的距离。将试样从常压养护水浴或 77 °C 冷却水浴中取出后,立即进行测量(5 min 之内),以防止水泥样品发生急速冷却,而造成测量误差。

千分尺应放置于一个高度调节垫板上,以使可膨胀外环的钢球正好位于千分尺测量接触点的中间(如图 7~图 11 所示)。使用千分尺测量时没有一个特殊的底座,则会使测量结果不稳定。



图 7 千分尺和高度调节板



图 8 千分尺安装在高度调节板上



图 9 千分尺测量

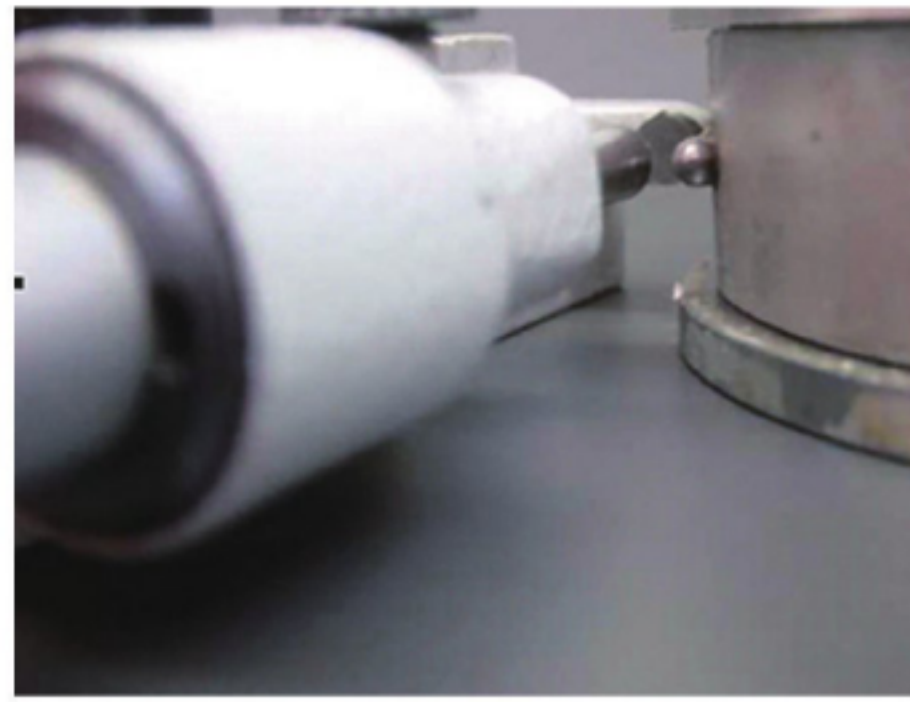
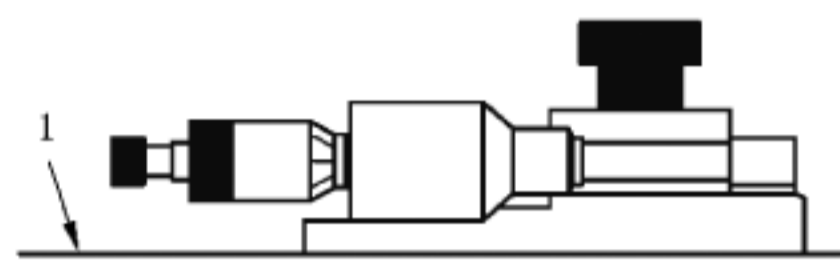
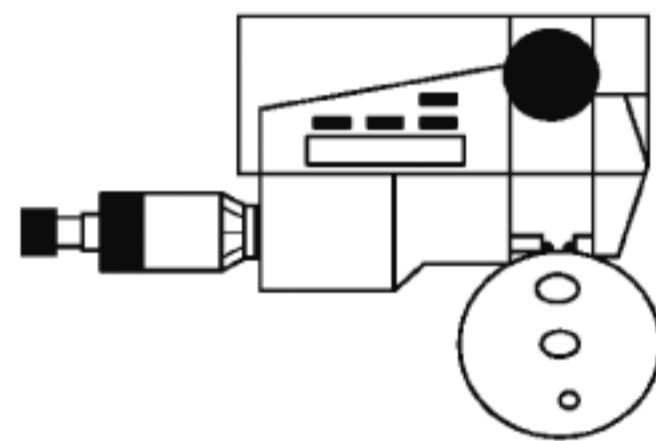


图 10 千分尺对齐



a) 千分尺和高度调节器侧视图



b) 千分尺和高度调节器俯视图

说明:

1——桌面。

图 11 千分尺和高度调节器机械图

水泥样品周长变化百分比,可按式(1)计算:

$$l_{\Delta,SI} = (l_{f,SI} - l_{i,SI}) \times 0.358 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$l_{\Delta,SI}$ ——水泥样品周长变化, %;

$l_{f,SI}$ ——养护后的最终距离,单位为毫米(mm);

$l_{i,SI}$ ——初始距离,单位为毫米(mm)。

此试验方法既可以测量水泥样品的收缩也可测量水泥样品的膨胀;如果 $l_{\Delta,SI}$ 为正值,则表明水泥样品发生了膨胀;如果为负值,则表明水泥样品发生了收缩。式(1)中的系数,是在可膨胀环内径为 88.9 mm 情况下,计算所得。

此试验中,假定水泥样品的膨胀是利用其周长变化来表示的,而周长变化又是通过测量两个钢球之间的距离变化得出的。实际测量值应该是一个弦长,而不是一个弧长,但由于其数值差异较小,因此可以忽略不计。因为所测量的钢球间距较小,所以在将模具在室温下的初始测量值外推至实际试验温度测量值时没有必要进行校正。模具所用的金属材料的理论修正值为:在室温下每升高 35 °C,修正值相应增加 0.05%。

6 常压密闭条件下收缩和膨胀的测定——薄膜试验

6.1 总则

该试验方法的目的是测量水泥浆在不接触水、空气条件下的体积膨胀与收缩。通常条件下,水泥浆在井筒中处于密闭环境中。

6.2 仪器

6.2.1 非渗透膜

在密闭条件下,利用一个非渗透性柔性膜测量水泥样品的收缩与膨胀。通过在薄膜的顶部打一个结,可实现非渗透膜的密封。薄膜的材质应是在高 pH 值环境下不发生反应,并且能容纳 150 mL 士 30 mL 体积的水泥浆。

6.2.2 养护装置

采用能够将非渗透膜全部浸入水中的养护水浴箱,其温度应能保持在规定试验温度士 2 °C 范围内。水浴用水为蒸馏水或去离子水,并应进行脱氧处理。

6.2.3 温度测量系统

6.2.3.1 总则

温度测量系统的准确度应校准至士 1 °C,校准次数每月不少于 1 次。校准应按 GB/T 10238 中所述的方法进行。

6.2.3.2 温度计

温度计的量程应涵盖 21 °C ~ 100 °C,其最小分刻度不超过 1 °C,精度为士 1 °C。

6.2.3.3 热电偶

应采用合适量程的热电偶系统。

6.2.4 电子天平

电子天平的精度为 0.01 g(推荐使用带有计算机数据采集系统的电子天平)。

6.3 试验步骤

6.3.1 水泥浆的制备与装膜

6.3.1.1 制备

水泥浆应按 GB/T 19139 的方法制备。混合装置的转速应在 4 000 r/min士 200 r/min 至 12 000 r/min士 500 r/min 之间可调,并每年校准 1 次。除了对搅拌速度进行精确控制,对浆叶的磨损程度也应进行监测。如果浆叶质量损失超过 10%,应更换一个新搅拌叶。

如果需要制备大体积的水泥浆,则按照 GB/T 19139 的方法进行。水泥浆密度的测定按照 GB/T 19139 中规定进行。

试验时应优化水泥浆配方,避免出现沉降和游离液。水泥浆的游离液应该为零。

6.3.1.2 装膜

将水泥浆在常压稠化仪中搅拌 $20 \text{ min} \pm 0.5 \text{ min}$, 整个搅拌过程的温度应维持在 $27 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

搅拌结束后, 应用搅拌棒再次搅拌以确保浆体均匀。将水泥浆倒入非渗透柔性薄膜中, 系住薄膜口, 并确认薄膜口扎紧, 以保证试验过程中的水无法进入非渗透薄膜中。

在薄膜扎紧前, 应确保在水泥浆中或者薄膜顶部无气泡。

为了提高薄膜的密闭性, 应在薄膜的内外表面涂抹一层薄薄的硅油类润滑脂, 而不应使用喷雾类润滑脂, 因为此类溶剂不利于薄膜的密封。

水泥浆的体积控制在 $150 \text{ mL} \pm 30 \text{ mL}$ 之间, 测量密闭薄膜内所包裹水泥浆在空气中的质量, 测量精度达到 $\pm 0.01 \text{ g}$ 。

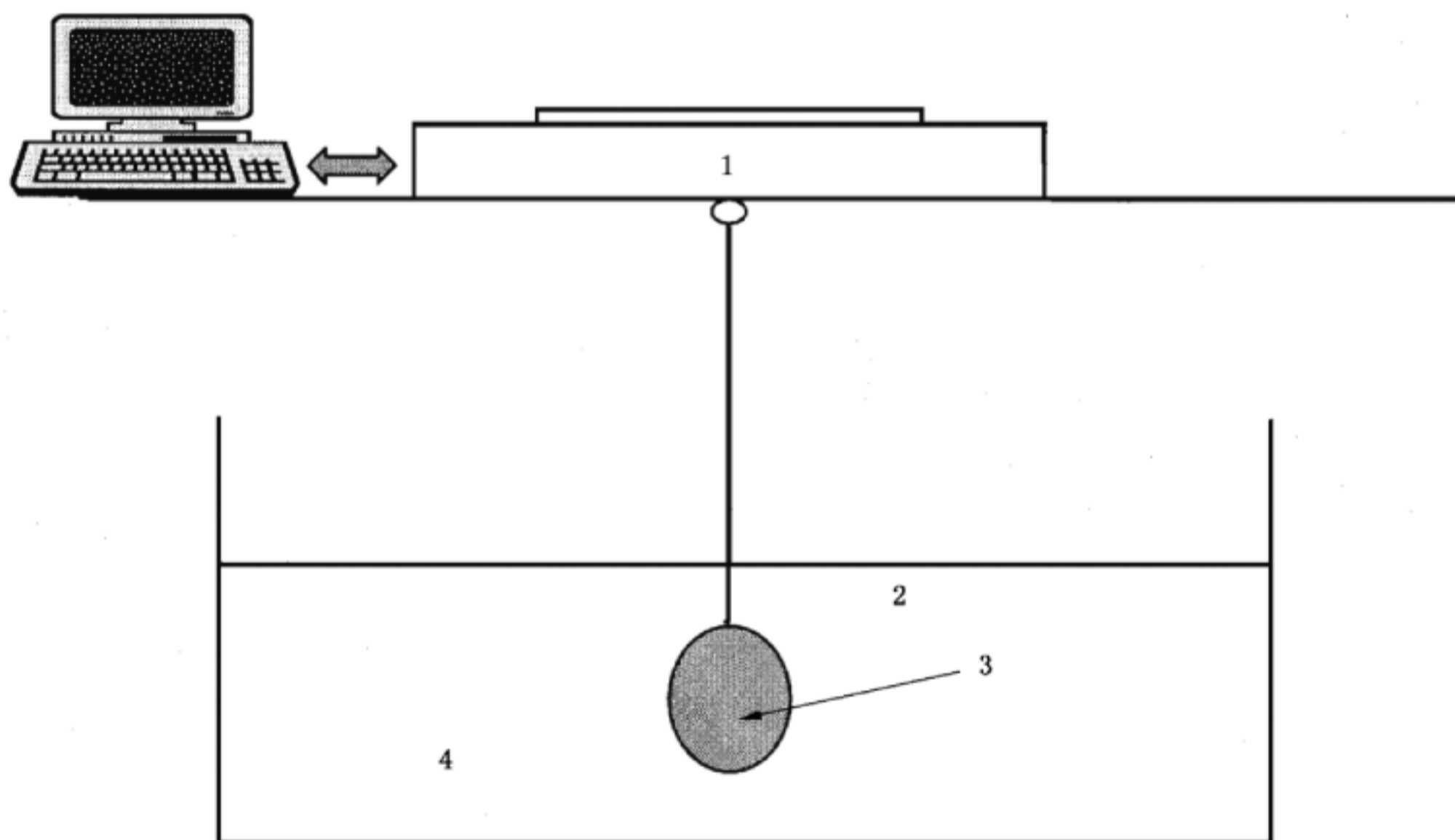
如果水泥浆在达到水浴温度之前已产生了明显的膨胀(测试之前), 则可能是由于薄膜内圈闭的空气发生热膨胀所引起的。这种情况下, 试验无效, 应重新进行试验。

6.3.2 水泥浆的养护

将准备好的非渗透性薄膜在空气中称重后, 放入一张悬挂在平衡钩上的细网内, 然后完全浸入预热至试验温度的水浴中, 见图 12。在操作时应避免气泡附着在薄膜外表面或者细网上。

$35 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下, 水浴中蒸发的水量并不严重。另外, 建议在水面加一薄层油, 以减少水分蒸发。在高温下蒸发的水量较明显, 因此应在水浴中设定参考水位, 并定期向水浴中添加温度为试验温度 $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的热水。

如果养护中由于薄膜发生破裂而造成水渗入到样品中, 将呈现出水泥急剧收缩的现象。试验之前, 应确定非渗透薄膜无渗漏现象(在与水泥接触数天后, 有些非渗透薄膜可能发生降解)。如果薄膜的密封性出现问题, 则需要用一张新膜(见 6.2.1)重新进行试验。



说明:

- 1——数据采集系统;
- 2——平衡系统;
- 3——包有水泥浆的非渗透薄膜;
- 4——热水浴。

图 12 薄膜试验示意图

6.4 测量与计算

含有水泥样品的薄膜在水中的质量 m_m ，等于水泥在空气中的质量 m_a 乘以重力加速度，再减去水的浮力，再除以重力加速度。浮力 F_b 等于含有水泥浆的薄膜的体积乘以水的密度（即 1.00 g/mL）以及重力加速度。

在薄膜浸入水浴后立即称量并记录初始质量 m_{im} ，之后每 10 min 记录一次所测质量，质量测量精度为 ± 0.01 g。所测质量的增加情况与体积的减小情况相对应（收缩情况下）。

薄膜法试验使得外部体积产生增大或缩小，因此薄膜试验测量的体积变化被称为体积变化百分比，记为 V_{bc} 。

为了计算其初始体积 V_i ，最终体积 V_f ，最终计算出水泥样品的收缩或膨胀量，假定非渗透性薄膜和细网的质量、体积非常小，可以忽略不计。因此，体积膨胀为正值，体积收缩则为负值。

试验周期是指试样放入常压稠化仪内养护开始到养护结束测量所经历的时间。

体积变化（收缩或膨胀）百分比 V_{bc} 可由式（2）～式（4）计算而得。

$$V_{bc} = \frac{100 \times (V_f - V_i)}{V_i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_{bc} —— 体积变化百分比，%；

V_f —— 水泥浆最终体积，单位为毫升（mL）；

V_i —— 水泥浆初始体积，单位为毫升（mL）。

$$V_i = \frac{(m_a - m_{im})}{\rho_{H_2O}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_i —— 水泥浆初始体积，单位为毫升（mL）；

m_a —— 含有水泥浆薄膜在空气中的质量，单位为克（g）；

m_{im} —— 含有水泥浆薄膜初始测量的质量，单位为克（g）；

ρ_{H_2O} —— 水的密度，单位为克每毫升（g/mL）。

$$V_f = \frac{(m_a - m_{fm})}{\rho_{H_2O}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V_f —— 水泥浆最终体积，单位为毫升（mL）；

m_a —— 含有水泥浆薄膜在空气中的质量，单位为克（g）；

m_{fm} —— 含有水泥浆薄膜最终测量的质量，单位为克（g）；

ρ_{H_2O} —— 水的密度，单位为克每毫升（g/mL）。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
常压下油井水泥收缩与膨胀的测定
GB/T 33293—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

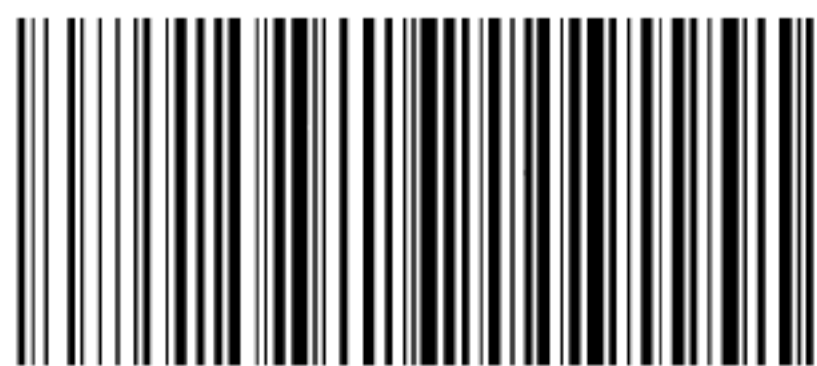
服务热线: 400-168-0010

2016年12月第一版

*

书号: 155066·1-54443

版权专有 侵权必究



GB/T 33293—2016