

ICS 75.020

E 13

备案号: 27455—2010

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5504.6—2009

代替 SY/T 5403—1991

油井水泥外加剂评价方法 第 6 部分: 减轻剂

Evaluation method for well cement additives—
Part 6: Light-weight additive

2009—12—01 发布

2010—05—01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 油井水泥减轻剂的分类 1

5 要求 1

6 试验方法 2

7 评价报告 5

附录 A（资料性附录） 常用油井水泥减轻剂 6

附录 B（资料性附录） 油井水泥减轻剂应用性能评价报告格式 7

附录 C（规范性附录） 油井水泥减轻剂质量检验报告格式 8

参考文献 10

前 言

SY/T 5504《油井水泥外加剂评价方法》分为八个部分：

- 第1部分：缓凝剂；
- 第2部分：降失水剂；
- 第3部分：减阻剂；
- 第4部分：促凝剂；
- 第5部分：防气窜剂；
- 第6部分：减轻剂；
- 第7部分：加重剂；
- 第8部分：充填剂。

本部分为SY/T 5504的第6部分。

本部分代替SY/T 5403—1991《油井水泥用空心微珠》。

本部分与SY/T 5403—1991相比，主要变化如下：

- 修改和调整了标准的总体结构和编排格式；
- 删除了试验误差和验收规则的要求（SY/T 5403—1991的第4章和第5章）；
- 增加了油井水泥减轻剂的分类（本版的第4章）；
- 增加了加入减轻剂的低密度水泥浆性能要求的检测项目（本版的5.2）；
- 增加了组批与采样方法（本版的6.2）；
- 增加了加入减轻剂的水泥浆性能试验方法（本版的6.4）。

本部分的附录C为规范性附录，附录A和附录B为资料性附录。

本部分由石油钻井工程专业标准化委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：西部钻探工程有限公司克拉玛依钻井工艺研究院。

本部分参加起草单位：西部钻探工程有限公司克拉玛依钻井公司。

本部分主要起草人：柳建、张艳红、王云、齐静、巴春寿。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SY/T 5403—1991。

油井水泥外加剂评价方法

第 6 部分：减轻剂

1 范围

SY/T 5504 的本部分规定了油气井注水泥作业用油井水泥减轻剂的性能要求、评价方法及评价报告。

本部分适用于油气井注水泥作业用膨润土类和空心微珠类油井水泥减轻剂的评价。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 SY/T 5504 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 8077—2000 混凝土外加剂匀质性试验方法

GB 10238—2005 油井水泥

GB/T 19139—2003 油井水泥试验方法

SY/T 5381 钻井液密度计技术条件

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 SY/T 5504 的本部分。

3.1

堆积密度 bulk density

样品在密实堆积条件下，单位体积的质量。

3.2

耐压密度 pressure-resistant density

加有减轻剂的水泥浆经过增压稠化仪加压后所测得的密度。

3.3

基准配方 basic recipe

在进行水泥浆密度、游离液、抗压强度、沉降试验和耐压密度试验时所采用的水泥浆配方。

4 油井水泥减轻剂的分类

油井水泥减轻剂可分为三类：第一类膨润土类，是靠增大水灰比来降低水泥浆密度，如膨润土、硅藻土等。第二类空心微珠类，是靠自身密度低来降低水泥浆密度，如空心玻璃微珠、空心陶瓷微珠等。第三类气体类，是以向水泥浆中充气或化学发气的方法形成泡沫水泥浆来降低水泥浆密度，如氮气、空气等。常用油井水泥减轻剂加量和适宜密度范围参见附录 A。在进行油井水泥减轻剂的理化性能评价时，应根据减轻剂的不同类型进行评价。

5 要求

5.1 理化性能

5.1.1 膨润土类油井水泥减轻剂理化性能

膨润土类油井水泥减轻剂外观、水分、细度及密度性能应符合表 1 的要求。

表 1 膨润土类油井水泥减轻剂理化性能要求

检 验 项 目	质 量 指 标
外观	无受潮板结
水分, %	≤3.0
细度 (0.45mm 筛余), %	≤5.0
密度, g/cm ³	参见表 A.1

5.1.2 空心微珠类油井水泥减轻剂理化性能

空心微珠类油井水泥减轻剂外观、水分、杂质、堆积密度、细度及密度性能应符合表 2 的要求。

表 2 空心微珠类油井水泥减轻剂理化性能要求

检 验 项 目	质 量 指 标
外观	白色或浅灰色具有流态的颗粒
水分, %	≤0.2
杂质, %	≤3.5
堆积密度, g/cm ³	≤0.50
细度 (0.315mm 筛余), %	≤5.0
密度, g/cm ³	≤0.80

5.2 应用性能

加有减轻剂的低密度水泥浆性能应符合表 3 的要求。

表 3 加有减轻剂的低密度水泥浆性能要求

检 测 项 目	技 术 指 标
水泥浆密度, g/cm ³	<1.75
游离液, %	≤1.4
沉降试验, %	≤2
耐压密度, g/cm ³	固井设计要求
24h 抗压强度, MPa	≥8.0
注: 耐压密度适用于空心微珠类油井水泥减轻剂。	

6 试验方法

6.1 仪器与材料

6.1.1 仪器

- a) 电子天平: 称量范围 0kg~2.1kg, 精度为 0.01g;
- b) 恒温干燥箱: 温度范围 0℃~200℃;
- c) 干燥器: 内盛变色硅胶;
- d) 甘氏密度瓶: 100mL;

- e) 李氏密度瓶：250mL；
- f) 分析天平：称量范围 0g~200g，精度为 0.0001g；
- g) 标准筛：0.45mm 筛孔；
- h) 标准筛：0.315mm 筛孔；
- i) 水泥浆恒速搅拌器：应符合 GB 10238—2005 中第 7 章的要求；
- j) 常压稠化仪：应符合 GB 10238—2005 中第 8 章的要求；
- k) 增压稠化仪：应符合 GB 10238—2005 中第 10 章的要求；
- l) 抗压强度试验机及强度养护设备：应符合 GB 10238—2005 第 9 章的要求；
- m) 钻井液密度计：应符合 SY/T 5381 的要求；
- n) 加压液体密度计：应符合 GB/T 19139—2003 中第 6 章的要求；
- o) 250mL 量筒：应符合 GB/T 19139—2003 中第 15 章的要求。

6.1.2 材料

- a) 油井水泥：符合 GB 10238—2005 要求的 G 级油井水泥；
- b) 水：蒸馏水或生活饮用水；
- c) 与减轻剂配伍的其他外加剂材料。

6.2 组批与采样

6.2.1 组批

6.2.1.1 生产商以一个生产批次进行组批。

6.2.1.2 油田用户以一次进货的产品量进行组批。

6.2.2 采样

6.2.2.1 按批为单位进行采样，每批的采样数按 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定确定。

6.2.2.2 减轻剂的采样按 GB/T 6679—2003 中 4.3.1 进行。

6.2.2.3 减轻剂的采样量应满足 GB/T 6678—2003 中 7.6.2 的要求。

6.2.2.4 将按批采到的样品进行充分混匀后，等量分装于两个清洁、干燥的容器中，密封并贴上标签。标签上应注明供货商名称、产品名称、批号和采样日期。两个容器样品中，一个用于评价，另一个留作仲裁。留为仲裁的样品保存期为一年。

6.3 理化性能试验方法

6.3.1 外观测定

目测。

6.3.2 水分测定

用一恒重的烧杯在分析天平上称量约 20g（精确至 0.001g）的样品，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下把样品烘至恒重，在干燥器中冷却后用分析天平称其质量。含水量按式（1）计算。

$$Q_w = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Q_w ——含水量，用百分数表示；

m_1 ——烧杯质量，g；

m_2 ——样品质量与烧杯质量之和，g；

m_3 ——烘干后样品与烧杯质量之和，g。

6.3.3 杂质含量测定

本检测方法适用于密度小于 $1.0\text{g}/\text{cm}^3$ 的油井水泥减轻剂。在一恒重的烧杯中用电子天平称量约 20g（精确至 0.01g）样品。加入蒸馏水约 200mL，用玻璃棒搅拌 1min，然后静置 10min，用牛角勺

和小毛刷除去浮于水面和粘在烧杯壁上的减轻剂。再用玻璃棒搅拌 1min，然后再静置 10min，用同样的办法除去漂浮的减轻剂。按此方法反复进行，直至清除干净浮于水面的减轻剂为止。缓慢倒出浮表水，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下烘至恒重，在干燥器中冷却后用电子天平称量烧杯和杂质的质量。杂质含量按式（2）计算。

$$Q = \frac{m_4 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Q ——杂质含量，用百分数表示；

m_1 ——烧杯质量，g；

m_2 ——样品质量与烧杯质量之和，g；

m_4 ——杂质质量与烧杯质量之和，g。

6.3.4 堆积密度测定

在已知质量的甘氏密度瓶中装满样品，一手拿瓶，在另一手掌心撞击 10 次，当样品面低于瓶口时，再加入一些样品使密度瓶重新装满，用同样的方法震实样品，反复进行，直至样品面不再下降为止。加盖，用电子天平称其质量。堆积密度按式（3）计算。

$$\rho_0 = \frac{m_6 - m_5}{100} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_0 ——堆积密度，g/cm³；

m_5 ——甘氏密度瓶质量，g；

m_6 ——样品质量与甘氏密度瓶质量之和，g；

100——甘氏密度瓶容积，cm³。

6.3.5 细度测定

用电子天平称取样品 100g（精确至 0.01g），试验步骤及计算方法按 GB/T 8077—2000 中第 6 章的规定进行。

6.3.6 密度测定

6.3.6.1 对于密度大于或等于 1.0g/cm³ 的油井水泥减轻剂密度测定按 GB/T 4472—1984 中第 2 章的规定进行。

6.3.6.2 对于密度小于 1.0g/cm³ 的油井水泥减轻剂密度测定按下面方法进行测定。

向李氏密度瓶中加入蒸馏水，水面至满刻度线，称其质量。倒出蒸馏水，用电子天平称取 20g（精确至 0.01g）样品，加入密度瓶中。加入蒸馏水至满刻度线，称其质量。密度按式（4）计算。

$$\rho = \frac{20\rho_w}{m_7 - m_8 + 20} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ ——样品密度，g/cm³；

m_7 ——李氏密度瓶与蒸馏水质量之和，g；

m_8 ——李氏密度瓶、蒸馏水与样品质量之和，g；

ρ_w ——蒸馏水密度，g/cm³。

6.4 水泥浆性能试验方法

6.4.1 水泥浆基准配方的主要来源

——用户检验：供货商提供的基准配方或与本油田材料配套形成的基准配方；

——供货商检验：供货商自行配套形成或根据用户要求组成基准配方；

——第三方检验：委托方提供的基准配方。

6.4.2 水泥浆制备

6.4.2.1 按照基准配方制备加入减轻剂的水泥浆，制备方法按 GB/T 19139—2003 中第 5 章的规定进行。对于加有空心微珠类减轻剂的水泥浆，应在固体混料全部加入拌和水中之后，继续在 $4000\text{r}/\text{min} \pm 200\text{r}/\text{min}$ 的转速下搅拌 $35\text{s} \pm 1\text{s}$ 。

6.4.2.2 水泥浆密度测定按 GB/T 19139—2003 中第 6 章的规定进行。

6.4.3 水泥浆性能试验

6.4.3.1 试验温度

在进行耐压密度、游离液和沉降试验时，选择 52°C ；在进行抗压强度试验时，选择 60°C 。

6.4.3.2 试验压力

在进行密度、抗压强度和沉降试验时，选择 0.1MPa ；在进行耐压密度和游离液试验时，选择 35.6MPa 。

6.4.3.3 密度下限试验

对减轻剂产品的质检应在其代表性密度点下按基准配方进行。对减轻剂的应用性能评价宜按以下方法，以求取其密度下限。

如某一减轻剂的适用水泥浆密度范围为 $1.35\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.75\text{g}/\text{cm}^3$ ，则进行 $1.75\text{g}/\text{cm}^3$ ， $1.35\text{g}/\text{cm}^3$ 下的水泥浆的性能评价。如 $1.35\text{g}/\text{cm}^3$ 的水泥浆性能不满足要求，则进行 $1.55\text{g}/\text{cm}^3$ 的水泥浆性能评价；如 $1.35\text{g}/\text{cm}^3$ 的水泥浆性能满足要求，则进行 $1.25\text{g}/\text{cm}^3$ 的水泥浆性能评价。以此类推，直至确定加入该减轻剂的水泥浆下限密度。

6.4.3.4 耐压密度试验

各油田可根据实际情况选定某一密度下的水泥浆配方，测其加压前后的密度变化。

配制好水泥浆后测其密度，然后按设定的升温升压方案在增压稠化仪中升至温度 52°C 、压力 35.6MPa 的条件下，搅拌 20min 后停止试验，释放稠化仪的压力，然后打开增压稠化仪。移去增压稠化仪浆杯中搅拌叶，用刮刀搅拌水泥浆 5s ，将水泥浆倒入密度计中测其密度。

增压稠化仪操作方法按 GB/T 19139—2003 中第 9 章的规定进行。

升温升压方案参见 GB/T 19139—2003 中附录 E 的规定进行。

6.4.3.5 游离液

按 GB/T 19139—2003 中第 15 章的规定进行。

6.4.3.6 抗压强度

按 GB/T 19139—2003 中第 7 章的规定进行。

6.4.3.7 沉降试验

按 GB/T 19139—2003 中第 15 章的规定进行。

7 评价报告

油井水泥减轻剂的应用性能评价参见附录 B，油井水泥减轻剂质量检验报告格式遵照附录 C 的规定。

附 录 A
(资料性附录)
常用油井水泥减轻剂

常用油井水泥减轻剂加量和适用密度范围见表 A.1。

表 A.1 常用油井水泥减轻剂加量和适用密度范围

减轻剂类别	减轻剂名称	密度 g/cm ³	加量范围 %	水泥浆密度范围 g/cm ³
膨润土类	膨润土	2.60~2.70	2~32	1.38~1.77
	凹凸棒土	2.60~2.70	2~32	1.38~1.77
	硅藻土	2.05~2.10	10~40	1.33~1.55
	珍珠岩	2.35~2.45	8~25	1.31~1.53
	粉煤灰	2.10~2.60	25~100	1.55~1.70
	海泡石抗盐土	1.80~1.90	2~30	1.38~1.77
	超细硅粉	2.50~2.60	10~40	1.50~1.80
	微硅	2.30~2.60	10~45	1.35~1.75
	水玻璃	1.36~1.50	0.2~3	1.37~1.70
空心微珠类	空心玻璃微珠	0.42~0.70	10~60	0.72~1.50
	空心陶瓷微珠	0.42~0.70	10~60	0.72~1.50
气体类	空气	—	—	0.84~1.44
	氮气	—	—	0.84~1.44

附 录 B
(资料性附录)

油井水泥减轻剂应用性能评价报告格式

油井水泥减轻剂应用性能评价报告格式见表 B. 1。

表 B. 1 油井水泥减轻剂应用性能评价报告

样品名称：_____ 生产批号：_____ 供货商：_____

适用密度范围：_____ 委托单位：_____ 送（采）样日期：_____

送（采）样人：_____ 采样地点：_____ 评价单位：_____

执行标准：_____ 检验用水：_____ 水泥批号：_____

报告编号：_____

试验条件：____℃×____MPa 水泥浆配方	检验项目	质量指标	试验结果
____g/cm ³ 水泥浆配方： _____ _____	24h 抗压强度 MPa	≥8.0	
	游离液 %	≤1.4	
	沉降试验 %	≤2	
____g/cm ³ 水泥浆配方： _____ _____	24h 抗压强度 MPa	≥8.0	
	游离液 %	≤1.4	
	沉降试验 %	≤2	
____g/cm ³ 水泥浆配方： _____ _____	24h 抗压强度 MPa	≥8.0	
	游离液 %	≤1.4	
	沉降试验 %	≤2	
下限密度____g/cm ³ 水泥浆 配方： _____ _____	24h 抗压强度 MPa	≥8.0	
	游离液 %	≤1.4	
	沉降试验 %	≤2	
试验条件：____℃×____MPa ____g/cm ³ 水泥浆配方： _____ _____	耐压密度 g/cm ³	固井设计要求	

主检人：

审核：

批准：

评价日期：

附录 C

(规范性附录)

油井水泥减轻剂质量检验报告格式

油井水泥减轻剂质量检验报告格式见表 C.1 和表 C.2。

表 C.1 膨润土类油井水泥减轻剂质量检验报告

样品名称：_____ 生产批号：_____ 供货商：_____
 适用温度范围：_____ 委托单位：_____ 送（采）样日期：_____
 送（采）样人：_____ 采样地点：_____ 评价单位：_____
 执行标准：_____ 检验用水：_____ 水泥批号：_____
 报告编号：_____

类型	检验项目	质量指标	试验结果
理化性能	外观	无受潮板结	
	水分 %	≤ 3.0	
	细度 (0.45mm 筛余) %	≤ 5.0	
	密度 g/cm ³	参见表 A.1	
试验条件：____℃ × ____ MPa _____ g/cm ³ 水泥浆性能 基准配方：_____ _____ _____	24h 抗压强度 MPa	≥ 8.0	
	游离液 %	≤ 1.4	
	沉降试验 %	≤ 2	
检验结论			

主检人：

审核：

批准：

评价日期：

表 C.2 空心微珠类油井水泥减轻剂质量检验报告

样品名称：_____

生产批号：_____

供货商：_____

适用温度范围：_____

委托单位：_____

送（采）样日期：_____

送（采）样人：_____

采样地点：_____

评价单位：_____

执行标准：_____

检验用水：_____

水泥批号：_____

报告编号：_____

类型	检验项目	质量指标	试验结果
理化性能	外观	白色或浅灰色具有流态的颗粒	
	水分 %	≤0.2	
	杂质 %	≤3.5	
	堆积密度 g/cm ³	≤0.50	
	细度（0.315mm 筛余） %	≤5.0	
	密度 g/cm ³	≤0.80	
试验条件：____℃×____MPa ____g/cm ³ 水泥浆性能 基准配方： _____	24h 抗压强度 MPa	≥8.0	
	游离液 %	≤1.4	
	沉降试验 %	≤2	
	耐压密度 g/cm ³	固井设计要求	
检验结论			

主检人：_____

审核：_____

批准：_____

评价日期：_____

参 考 文 献

- [1] SY/T 6544 油井水泥浆性能要求
-