

Badania doświadczalne czynników wpływających na wytrzymałość wiązania cementowego na pierwszym interfejsie odwiertu naftowo-gazowego

Experimental study on the factors affecting cement bond strength at the first interface of oil-gas well

Zhang Chi¹, Liu Huiting¹, Yu Yongjin¹, Zhao Zihao², Zhang Zhihao², Liu Gang², Li Ming^{2,*}

¹CNPC Engineering Technology R&D Company Limited, Beijing 102206, China

²School of New Energy and Materials, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, China

*corresponding author: Li Ming, e-mail: swpulm@126.com

Streszczenie

Pierwszy interfejs cementowania odnosi się do granicy kontaktu pomiędzy płaszczem cementowym a rurą okładzinową po zakończeniu zatłaczania zaczynu cementowego. Wytrzymałość wiązania na tym interfejsie jest generowana głównie w wyniku oddziaływań pomiędzy zewnętrzną powierzchnią rury okładzinowej a płaszczem cementowym. W niniejszym artykule przeanalizowano wpływ wytrzymałości cementu na właściwości pierwszego interfejsu cementowania poprzez modyfikację stosunku wodno-cementowego zaczynu, dodatek materiałów ultradrobnych oraz zmianę rodzaju dodatku ograniczającego filtrację. Rodzaje zaczynów cementowych dobrano w postaci eksperymentów progresywnych i obejmowały one: zaczyny cementowe [L1, L2] o różnych stosunkach wodno-cementowych, zaczyn [L3] z czystego cementu z dodatkiem nanokrzemionki, a także układy z dodatkiem różnych typów dodatków przeciwfiltracyjnych [S2–S4] oraz układ zaczynu [S5] zawierający jednocześnie dodatek przeciwfiltracyjny i lateks. Z wykorzystaniem autorskiej formy do oceny wytrzymałości cementowania oraz mikroskopowej charakterystyki interfejsu cementowania zbadano czynniki wpływające na wytrzymałość wiązania pierwszego interfejsu płaszcza cementowego.

Wyniki badań wskazują, że zwiększenie stosunku wodno-cementowego lub dodatek nanokrzemionki sprzyja tworzeniu uwodnionych krzemianów wapnia [faza C-S-H], co prowadzi do obniżenia wytrzymałości wczesnej, lecz zwiększenia wytrzymałości w późniejszym okresie. Zastosowanie dodatków ograniczających filtrację powoduje wzrost zawartości kryształów wodorotlenku wapnia. Ich ściśle upakowanie, wraz z niezhidratyzowanymi cząstkami cementu, może zapewniać odpowiednią wytrzymałość wiązania na pierwszym interfejsie. Reakcja cząstek lateksu, pro-

Summary

The first cementing interface refers to the interface between the cement sheath and the casing after the cement injection is completed. The bonding strength of the first cementing interface is mainly generated by the interaction between the outer surface of the casing and the cement sheath. This article explores the influence of cement strength on the first interface of cementing by changing the water-cement ratio of the cement slurry system, adding ultra-fine materials, and changing the type of fluid loss control additive. Cement slurry types were selected in the form of progressive experiments, including pure cement slurry systems [L1, L2] under different water-cement ratios, cement slurry systems [L3] based on pure cement systems mixed with nano-silica, and the addition of different types of fluid loss control additives [S2–S4] and cement slurry system [S5] with fluid loss control additives and latex added together. Through the self-developed cementing strength evaluation mold and the microscopic characterization of the cementing interface, the influencing factors of the cementing strength of the first interface of the cement sheath were explored. The results show that increasing the water-cement ratio or adding nano-silica can promote the formation of hydrated calcium silicate [C-S-H], with lower early strength but higher later strength; adding a fluid loss control additive can increase the content of calcium hydroxide crystals [CH], the close packing of CH and without hydration reacting cement particles can provide the first interface cementing strength; the reaction of the latex particles themselves to form a three-dimensional network structure can improve the cementing strength, but it is not suitable for high-temperature environments. This research is of great significance to the summary of cementing-interface cementing laws and the cementing construction process.

wadząca do powstania trójwymiarowej struktury sieciowej, również przyczynia się do poprawy wytrzymałości cementowania, jednak rozwiązanie to nie jest odpowiednie dla środowisk o podwyższonej temperaturze. Przeprowadzone badania mają istotne znaczenie dla uogólnienia praw rządzących cementowaniem interfejsów oraz dla optymalizacji procesu technologicznego cementowania.

Słowa kluczowe: strefa przejściowa interfejsu, produkty hydratacji, wytrzymałość wiązania, mikromorfologia, struktura porów

1. Wprowadzenie

Cementowanie stanowi kluczowy etap procesu eksploatacji złóż ropy naftowej i gazu ziemnego, pełniąc funkcję ochrony rur okładzinowych oraz izolacji i zabezpieczenia formacji złożowej (1–4). Po zakończeniu procesu cementowania wyróżnia się dwa interfejsy cementowania: drugi interfejs, utworzony pomiędzy formacją geologiczną a płaszczem cementowym, oraz pierwszy interfejs, zlokalizowany pomiędzy płaszczem cementowym a rurą okładzinową (5,6). Różnorodne obciążenia przenoszone przez rurę okładzinową prowadzą do wzrostu naprężeń rozciągających lub ścinających w zaczynie cementowym, co negatywnie wpływa na efekt izolacyjny płaszcza cementowego. W skrajnych przypadkach może to powodować utratę szczelności płaszcza cementowego, inicjować migrację ropy i gazu oraz prowadzić do wzrostu ciśnienia na głowicy odwiertu (7,8). Ponadto operacje rekonstrukcyjne odwiertów naftowych charakteryzują się długim czasem realizacji, wysokimi kosztami oraz małą skutecznością (9–11). Wytrzymałość wiązania pierwszego interfejsu cementowania bezpośrednio determinuje możliwość prawidłowej pracy rury okładzinowej w trakcie i po zakończeniu operacji cementowania. W związku z powyższym, w celu zapewnienia wysokiej jakości cementowania oraz bezpieczeństwa dalszych prac, konieczne jest szczegółowe zbadanie i omówienie wytrzymałości wiązania pierwszego interfejsu (12–14).

W celu dokładniejszego rozpoznania czynników wpływających na wytrzymałość wiązania pierwszego interfejsu cementowania, w niniejszej pracy przeanalizowano ten interfejs w odniesieniu do koncepcji i metodologii strefy przejściowej [z ang. interfacial transition zone, ITZ] stosowanej w materiałach cementowych. W połowie XX wieku wykazano, że interfejs pomiędzy matrycą cementową a kruszywem stanowi kluczowy czynnik determinujący właściwości betonu, wprowadzając pojęcie strefy przejściowej (15). Dalsze badania wykazały, że w ITZ gromadzi się znaczna ilość kryształów wodorotlenku wapnia [CH], żelu uwodnionych krzemianów wapnia [faza C-S-H] oraz igiełkowatej ettringitu powstających w wyniku reakcji hydratacji zaczynu cementowego, przy czym cząstki kamienia cementowego i produkty hydratacji wykazują zbliżoną morfologię strukturalną (16). Kolejne prace dowiodły, że grubość strefy przejściowej wynosi zazwyczaj od 20 do 200 μm i charakteryzuje się ona większym rozmiarem porów, wyższą porowatością, słabszą zdolnością wiązania oraz zwiększoną zawartością kryształów CH, co czyni ją obszarem osłabionym i podatnym na powstawanie pęknięć (17,18).

Keywords: interfacial transition zone, hydration products, cementing strength, micromorphology, pore structure

1. Introduction

Cementing is a key part of the oil and gas resources development process, playing a role in protecting the casing and protecting the oil and gas formation (1-4). After cementing and cementing are completed, the second cementing interface consists of the formation and the cement sheath, and the first cementing interface consists of the cement sheath and casing (5, 6). The various stresses borne by the casing will increase the tensile or shear stress of the cement stone, affecting the isolation effect of the cement sheath. In severe cases, it will cause the sealing failure of the cement sheath, trigger the channeling of oil and gas, and lead to wellhead pressure (7, 8); if Workover operations on oil wells require long repair cycles, high repair costs, and low success rates (9-11). The bonding strength of the first interface of cementing directly determines whether the casing can work normally during cementing operations. In response to the above problems, in order to ensure the quality of cementing and ensure the safety of subsequent operations, the bonding strength of the first interface needs to be studied and discussed (12-14).

In order to better explore the influencing factors of the cementing strength of the first interface of cementing, the first interface of cementing was studied with reference to the concept and method of the interface transition zone [ITZ] in cement-based materials. In the mid-20th century, it was discovered that the interface between cement matrix and aggregate has become a key factor affecting the improvement of concrete performance, and proposed the concept of interface transition zone (15). After research and exploration by relevant scholars, it was found that a large amount of calcium hydroxide [CH] crystals, calcium silicate hydrate gel [C-S-H phase], and needle-like ettringite generated by the hydration reaction of cement slurry accumulated in the interface transition zone. Stone particles and hydration products all present similar structures (16). Follow-up studies have found that the thickness of the interface transition layer is generally between 20 and 200 μm , with larger pore size, higher porosity, poor interface cementing ability, and more CH crystals in the system, which is a weak area prone to cracking (17,18).

The commonly used testing method is to use scanning electron microscopy for testing and analysis. Scanning electron microscopy is a testing method that uses the principle of electronic imaging to test the surface structure of materials. Scanning electron microscopy is used to test the apparent morphology of materials (19).

Do najczęściej stosowanych metod badawczych w analizie ITZ należy skaningowa mikroskopia elektronowa [SEM], która umożliwia ocenę morfologii powierzchni materiałów w oparciu o zjawisko obrazowania elektronowego (19). Z kolei porozymetria rtęciowa [MIP] jest jedną z najbardziej rozpowszechnionych metod analizy struktury porów w materiałach cementowych (20). Ze względu na obecność licznych, relatywnie dużych porów w strefie przejściowej, metoda MIP pozwala na precyzyjne określenie rozkładu oraz średnicy porów (21,22).

W niniejszym badaniu wytrzymałość wiązania pierwszego interfejsu cementowania analizowano poprzez zmianę stosunku wodno-cementowego, dodatek materiałów ultradrobnych oraz modyfikację dodatkami chemicznymi, przy uwzględnieniu różnych temperatur i czasów dojrzewania. Przeprowadzono charakterystykę oraz analizę produktów powstających w strefie przejściowej interfejsu. Uzyskane wyniki wskazują, że zwiększenie stosunku wodno-cementowego lub dodatek nanokrzemionki sprzyjają tworzeniu fazy C-S-H, natomiast zwarte upakowanie CH, C-S-H oraz cząstek cementu prowadzi do wzrostu wytrzymałości wiązania pierwszego interfejsu cementowania. Dodatki wzmacniające na bazie lateksu wykazują wysoką skuteczność w temperaturach rzędu 50°C, podczas gdy dodatki na bazie AMPS oraz środki filmotwórcze są bardziej odpowiednie dla warunków wysokotemperaturowych, przekraczających 80°C.

2. Materiały i metody

2.1. Materiały

(1) Cement: cement wiertniczy klasy G; główne składniki chemiczne przedstawiono w tablicy 1.

(2) Rura okładzinowa: modelowa rura okładzinowa wykonana ze stali N80, powszechnie stosowanej w cementowaniu otworów wiertniczych; wymiary próbki: $\Phi 25 \times 50$ mm.

(3) Dodatki chemiczne: środek dyspergujący USZ; dodatek przeciwfiltracyjny G33S, odpieniacz XP-1L, wysokocząsteczkowy dodatek przeciwfiltracyjny na bazie AMPS [kopolimer kwasu 2-akryloamido-2-metylopropanosulfonowego i akrylamidu] - DRF-2L, niskocząsteczkowy dodatek przeciwfiltracyjny na bazie AMPS - DRF-6L; filmotwórczy dodatek przeciwfiltracyjny DRF-3S [proszek o barwie czerwono-brunatnej], lateks styrenowo-butadienowy DRT-1L, kondycjoner lateksu DRT-LT; nanokrzemionka SiO_2 [średnia wielkość cząstek 15 nm].

(4) Woda.

2.2. Projekt składu zaczynów cementowych

W ramach niniejszych badań zaprojektowano dwa zasadnicze układy doświadczalne:

(1) układ, w którym poprzez zmianę stosunku wodno-cementowego zaczynu cementowego oraz dodatek nanokrzemionki modyfikowano skład mieszaniny; odpowiednie receptury zestawiono w tablicy 2.

Mercury intrusion porosimetry [MIP] is one of the most extensive methods for studying the pore structure of cement-based materials (20). There are many pore structures in the interface transition zone, and the diameter of the pores is relatively large. MIP can be used to accurately test the pore structure. The distribution of pores and the diameter of pores (21,22).

In this study, the bonding strength at the first cementing interface is investigated by varying the water-to-cement ratio, adding ultrafine materials, and modifying additives under different curing temperatures and ages. The products formed at the interface transition layer were characterized and analyzed. The results indicate that increasing the water-to-cement ratio or adding nanosilica promotes the formation of C-S-H; the dense packing of CH, C-S-H, and cement particles enhances bonding strength at the first cementing interface. Latex-based enhancers are effective around 50 °C, while AMPS-based and film-forming agents are preferred for temperatures exceeding 80 °C.

2. Experiment

2.1. Materials

(1) Cement: Oil Well G-grade cement, the main chemical components are shown in Table 1.

(2) Casing: A simulated casing made of N80 steel commonly used in oilfield cementing, with a specification of $\Phi 25 \times 50$ mm.

(3) Admixtures: dispersing agent USZ; fluid loss control additive G33S, defoamer XP-1L, high molecular weight AMPS [a copolymer of 2-acrylamido-2methyl propane sulfonate and acrylamide] fluid loss control additive DRF-2L, low molecular mass AMPS fluid loss control additive DRF-6L, film-forming fluid loss control additive DRF-3S (reddish-brown powder), styrene-butadiene latex DRT-1L, latex conditioner DRT-LT, Nano SiO_2 [15 nm].

(4) Water.

2.2. Cement slurry mix ratio design

This experiment has two major systems: (1) By changing the water-cement ratio of the cement slurry and adding nano-silica to the experimental system, the test formula is shown in Table 2; (2) By changing the type of fluid loss control additive as well as a system that uses a fluid loss control additive and latex, the formula is shown in Table 3.

The cement slurry was prepared according to the current standard for oil well cement slurry preparation, GB/T 19139-2012 „Oil Well

Tablica 1 / Table 1

SKŁAD CEMENTU WIERTNICZEGO G.

COMPOSITION OF G-GRADE OIL WELL CEMENT.

	MgO	SO ₃	C ₃ S	C ₃ A	2C ₃ A+C ₄ AF	Na ₂ O
Zawartość Content, %	1.7	2.0	55.8	2.0	19.5	0.5

Tablica 2 / Table 2

SKŁADY PODSTAWOWYCH ZACZYNÓW CEMENTACYJNYCH.
BASIC CEMENT SLURRY SYSTEM.

Zaczyn / Cement slurry system	L1	L2	L3
	%		
Zawartość cementu / Cement content	100	100	100
Dyspergator USZ / Dispersant USZ	0.6	0.6	0.6
Dodatek ograniczający filtrację G33S Fluid loss control additive G33S	1	1	1
Nano-SiO ₂ / Nano-SiO ₂	0	0	0.5
Woda / Water	44	48	44

(2) układ, w którym zmieniano rodzaj dodatku ograniczającego filtrację, a także układ zawierający jednoczesny dodatek przeciwfiltracyjny i lateks; receptury tych mieszanin przedstawiono w tablicy 3.

Zaczyn cementowy przygotowano zgodnie z obowiązującą chińską normą dotyczącą sporządzania zaczynów cementowych do otworów wiertniczych, tj. GB/T 19139-2012 Oil Well Cement Testing Methods. Składy zaczynów cementowych opracowano w oparciu o odpowiednie wytyczne badań cementu, zgodnie z danymi zestawionymi w tablicach 2 i 3. Cement, wypełniacze oraz dodatki chemiczne odważano, mieszano na sucho i dokładnie homogenizowano w celu dalszego wykorzystania. Ilość wody odmierzano zgodnie z założonym stosunkiem wodno-cementowym wynikającym z receptury.

W pierwszym etapie do kubka mieszającego mieszadła o stałej prędkości obrotowej wprowadzano odmierzoną ilość wody, ustawiając prędkość mieszania na 1500 obr./min. Następnie prowadzono mieszanie przy niskiej prędkości przez 15 s, podczas którego suchą mieszaninę składników stopniowo i równomiernie wsypywano do kubka. Kolejno zwiększano prędkość do 4000 obr./min i prowadzono mieszanie przy prędkości średniej przez 45 s, po czym prędkość regulowano do 6000 obr./min, realizując mieszanie z dużą prędkością przez 30 s. Po zakończeniu procesu mieszania

Cement Testing Methods.” Cement slurry systems are formulated following the relevant cement testing guidelines, based on Tables 2 and 3. The cement, fillers, and additives are weighed, dry-mixed, and blended thoroughly for later use. The water was measured according to the water-to-cement ratio specified in the formulation. The water was first added to the mixing cup of a constant-speed stirrer, with the stirring speed set at 1500 r/min. The mixture was stirred at low speed for 15 seconds, during which the dry-mixed components were slowly and evenly poured into the cup. The speed was then increased to 4000 r/min for medium-speed stirring for 45 seconds, and finally, the speed was adjusted to 6000 r/min for high-speed stirring for 30 seconds. After the stirring was complete, the slurry was prepared and poured into the experimental apparatus. The experimental device diagram is shown in Fig 1. During the test, a 40 mm height cement slurry back cover was injected into the annulus zone. After putting on the strong magnetic cover, they were placed in OWC-118F dual temperature water bath curing box for curing. The curing temperatures of the basic cement slurry systems L1, L2, and L3 were selected as 50°C, and the curing periods were selected as 1 d, 2 d, and 7 d; For cement slurry systems S1, S2, S3, S4, and S5 with additional fluid loss control additives, the curing temperatures were selected as 50 °C and 80 °C, and the curing periods were selected as 3 d, 7 d, 28 d, and 56 d.

2.3. Methods

2.3.1. First Interface Cementation Sample test

After the sample is cured, take it out and place it on the TYE-300 pressure testing machine to test the bonding strength. Record the data when the simulated casing detaches. Subsequently, use the bonding strength calculation formula to calculate the bonding strength value. The specific data after the test uses Formula 1 Calculate the interface bonding strength value.

The following formula [1] is used to calculate the interface bonding strength:

Tablica 3 / Table 3

SKŁADY ZACZYNÓW MODYFIKOWANYCH DOMIESZKAMI
DIFFERENT ADMIXTURE CEMENT SLURRY SYSTEMS

Zaczyn / Cement slurry system	S1	S2	S3	S4	S5
	%				
Zawartość cementu / Cement content	100	100	100	100	100
Domieszka dyspergująca USZ / Dispersant USZ	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Odpieniacz XP-1L / Defoamer XP-1L	0.1	0.1	0.1	0.2	0.4
Dodatek przeciwfiltracyjny G33S / Fluid loss control additive G33S	0	0	0	0	1
Wielkocząsteczkowy dodatek przeciwfiltracyjny AMPS DRF-2L High molecular mass AMPS fluid loss control additive DRF-2L	0	4	0	0	0
Małocząsteczkowy dodatek przeciwfiltracyjny AMPS DRF-6L Low molecular mass AMPS fluid loss control additive DRF-6L	0	0	5	0	0
Filmotwórczy dodatek przeciwfiltracyjny DRF-3S / Film-forming fluid loss control additive DRF-3S	0	0	0	2.5	0
Lateks styrenowo-butadienowy DRT-1L / Styrene-butadiene latex DRT-1L	0	0	0	0	10
Kondycjoner lateksu DRT-LT / Latex conditioner DRT-LT	0	0	0	0	1.2
Woda / Water	44	44	44	44	30

otrzymany zaczyn cementowy wlewano do aparatury badawczej. Schemat urządzenia doświadczalnego przedstawiono na rys. 1.

W trakcie badań do przestrzeni pierścieniowej wprowadzano zaczyn cementowy, formując warstwę o wysokości 40 mm. Po założeniu pokryw z silnym magnesem próbki umieszczano w dwutemperaturowej łaźni wodnej OWC-118F w celu dojrzewania. Temperaturę dojrzewania podstawowych układów zaczynów cementowych L1, L2 oraz L3 ustalono na 50°C, natomiast okresy dojrzewania wynosiły odpowiednio 1, 2 oraz 7 dni. Dla układów zaczynów cementowych S1, S2, S3, S4 i S5 zawierających dodatki ograniczające filtrację temperatury dojrzewania dobrano na poziomie 50 °C oraz 80°C, a czasy dojrzewania wynosiły 3, 7, 28 oraz 56 dni.

2.3. Metody

2.3.1. Badanie próbek pierwszej granicy cementacji

Po zakończeniu dojrzewania próbkę wyjmowano i umieszczano na maszynie wytrzymałościowej TYE-300 w celu oznaczenia wytrzymałości połączenia. Rejestrowano wartość obciążenia w momencie symulowanego odspojenia rury okładzinowej. Następnie, na podstawie zarejestrowanych danych, obliczano wytrzymałość połączenia z wykorzystaniem odpowiedniego wzoru. Szczegółowe dane uzyskane po badaniu posłużyły do wyznaczenia wartości wytrzymałości wiązania na granicy faz zgodnie z równaniem [1].

Wytrzymałość wiązania na granicy faz obliczano według zależności:

$$S = (P + mg)/\pi Dh \quad [1]$$

gdzie:

S – wytrzymałość cementu, MPa,

P – wartość obciążenia w momencie odspojenia rury okładzinowej, N,

mg – ciężar pręta badawczego, N

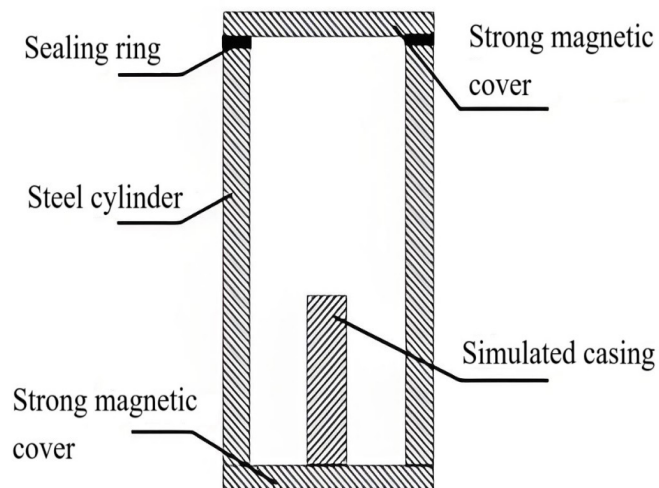
D – średnica rury okładzinowej, mm,

h – wysokość pierścienia cementowego, mm.

2.3.2. Mikromorfologia i charakterystyka strukturalna

Po wytypowaniu układów S1, S3, S4 oraz S5 i ich dojrzewaniu w temperaturach 50°C oraz 80°C przez 7 dni, próbki pierwszej granicy faz poddane odspajaniu zanurzano w bezwodnym etanolu na 3 dni w celu zatrzymania hydratacji (23). Następnie próbki wyjmowano i suszono w suszarce w temperaturze 60°C przez 3 dni.

Próbki przeznaczone do badań dyfrakcji rentgenowskiej [XRD] rozdrabniano w młynku do postaci proszku i analizowano przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego DX-2700B przy szybkości 2°/min, długości kroku 0,02° oraz zakresie skanowania 0–80°. Próbki dojrzewające w temperaturze 80°C wybrano do badań skaningowej mikroskopii elektronowej [SEM]. Objętość próbek nie przekraczała 5 mm × 5 mm × 5 mm. Po napyleniu warstwy złota obserwacje prowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego ZEISS EVO/MA 15.



Rys. 1. Schemat urządzenia do badania przyczepności na granicy faz.

Fig 1. Interface bonding test sample device diagram.

$$S = (P + mg)/\pi Dh \quad [1]$$

where:

S – cement strength value, the unit is MPa,

P – the loading pressure value when the casing breaks away, the unit is N,

mg – the gravity of the test rod, the unit is N,

D – the diameter of the casing, the unit is mm,

h – the height of the cement ring, the unit is mm.

2.3.2. Micromorphology and structural characterization

After selecting the S1, S3, S4, and S5 systems and curing them at 50 °C and 80 °C for 7 days, take out the first interface sample under peeling, soak it in absolute ethanol for 3 days to stop hydration (23), then take it out and put it in an oven at 60 °C for 3 d. The samples for X-ray diffraction [XRD] testing were ground into powder with a mortar and tested using a DX-2700B X-ray diffractometer with a step rate of 2 °/min, a step length of 0.02 °, and a scanning range of 0-80 °; The above-mentioned 80 °C samples were selected for scanning electron microscopy [SEM] testing. The sample volume was less than 5 mm × 5 mm × 5 mm. After gold spraying treatment, samples were observed under ZEISS EVO/MA 15 scanning electron.

2.3.3. Mercury intrusion porosimetry

The samples of L1, L2, L3, and S5 cured for 7 d were soaked in absolute ethanol for 3 d to stop hydration, then placed in an oven at 60 °C for 48 h, and then pounded into squares of uniform size and with a mass within 3 g, which were ready to be tested for mercury intrusion porosimetry. A Mike AutoPore V 9600 high-performance fully automatic mercury injection tester was used, with the maximum mercury injection pressure set to approximately 6.7 MPa and an equilibrium time of 10 s.

2.3.3. Porozymetria rtęciowa

Próbki L1, L2, L3 oraz S5 dojrzewające przez 7 dni zanurzano w bezwodnym etanolu na 3 dni w celu zatrzymania hydratacji, a następnie suszono w suszarce w temperaturze 60°C przez 48 h. Po wysuszeniu próbki rozdrabniano do postaci fragmentów o regularnym kształcie i masie nieprzekraczającej 3 g, przygotowanych do badań porozymetrii rtęciowej. Do pomiarów zastosowano w pełni automatyczny porozymetr rtęciowy Mike AutoPore V 9600, przy maksymalnym ciśnieniu właczania rtęci wynoszącym około 6,7 MPa oraz czasie równowagi 10 s.

3. Wyniki i dyskusja

3.1. Zmiany wytrzymałości pierwszej granicy faz

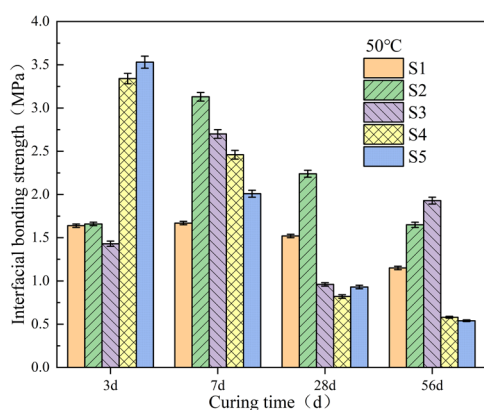
3.1.1. Wytrzymałość granicy faz zaczyn-stal dla bazowego zaczynu cementowego

Jak wynika z rys. 2, przy temperaturze dojrzewania 50°C wytrzymałość granicy zaczyn-stal dla zaczynów L1 i L3 wzrasta wraz z wydłużaniem czasu dojrzewania, osiągając wartość maksymalną po 7 dniach hydratacji. Wytrzymałość wiązania układu L2 również rośnie wraz z czasem dojrzewania. Wraz ze wzrostem wieku hydratacji wartość wytrzymałości cementacji wykazuje tendencję polegającą na początkowym wzroście, a następnie spadku.

3.1.2. Wytrzymałość granicy faz zaczyn-stal dla zaczynów z różnymi dodatkami

Wytrzymałość w układach S1-S3 zmienia się w czasie w podobny sposób. Układy S1, S2 oraz S3 osiągają maksymalną wartość wytrzymałości granicy zaczyn-stal po 7 dniach hydratacji, po czym, wraz z dalszym wzrostem wieku dojrzewania, obserwuje się jej stopniowy spadek. Z kolei układy S4 i S5 osiągają maksimum wytrzymałości po 3 dniach hydratacji, a następnie jej wartość zmniejsza się wraz z wydłużaniem czasu hydratacji.

Na podstawie danych przedstawionych na rys. 3 można stwierdzić, że wytrzymałość granicy faz dla zaczynów zawierających dodatek ograniczający filtrację jest wyższa na wczesnym etapie hydratacji. Wraz ze wydłużaniem czasu hydratacji wytrzymałość



Rys. 3. Zmiany wytrzymałości granicy faz zaczyn-stal w temperaturach 50°C i 80°C.

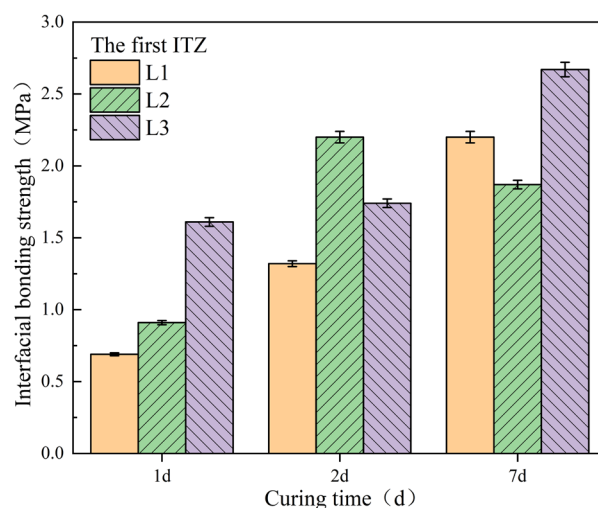
Fig 3. Development trend chart of first interface bonding strength at 50 °C and 80 °C.

3. Results and discussion

3.1. Changes in bonding strength at the first interface

3.1.1. First interface bonding strength of basic cement slurry

It can be seen from Fig 2 that at a curing temperature of 50 °C, the bonding strength of L1 and L3 increases with the increase of curing age, reaching the maximum value after 7 days of hydration, and the bonding strength of L2 increases with the curing age. As the curing age increases, the value of cementation strength first increases and then decreases.

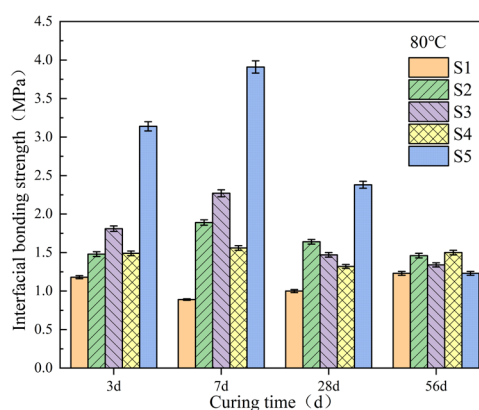


Rys. 2. Wykres zmian wytrzymałości pierwszej granicy faz bazowego zaczynu cementowego.

Fig. 2. Trend chart of bonding strength of the first interface of basic cement slurry.

3.1.2. First interface bonding strength of different admixture cement slurry

The cementing strength of several systems changes with time in the same way. The S1, S2, and S3 systems all reach the maximum value after hydration for 7 days. As the curing age increases, the cementing strength also begins to decrease. Both S4 and S5 reached the maximum value at 3 days of hydration, and then the intensity began to decrease as the hydration age increased.



tej granicy faz ulega obniżeniu. Po 56 dniach hydratacji obserwuje się ponowny wzrost wytrzymałości, po którym stabilizuje się ona na względnie stałym poziomie. Przy różnych temperaturach dojrzewania wytrzymałość granicy faz dla zaczynu S5 jest wyższa niż pozostałych analizowanych zaczynów cementowych, a jej zmiany mają charakter regularny. Na wczesnym etapie hydratacji wytrzymałość granicy jest wysoka, natomiast wraz z wydłużaniem czasu dojrzewania ulega stopniowemu obniżeniu.

3.2. Analiza produktów hydratacji

Badania dyfrakcji rentgenowskiej przeprowadzono dla próbek zaczynów S1, S3, S4 oraz S5 dojrzewających w temperaturach 50°C i 80°C. Wyniki analiz przedstawiono na rys. 4.

Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że w różnych układach zaczynów cementowych skład krystalicznych składników jest w dużym stopniu zbliżony. Zidentyfikowano obecność wodorotlenku wapnia [CH], uwodnionego krzemianu dwuwapniowego [C₂S] oraz uwodnionych krzemianów wapnia [faza C-S-H] o niskim stopniu krystaliczności. Z wyjątkiem układów zawierających lateks, wzrost temperatury hydratacji powoduje zmniejszenie intensywności refleksów pochodzących od wodorotlenku wapnia, co wskazuje na obniżenie stopnia krystalizacji tego składnika. Jednocześnie zwiększa się ilość fazy C-S-H, jednak ze względu na jej słabą krystaliczność jest ona trudna do jednoznacznego zidentyfikowania na podstawie refleksów dyfrakcyjnych.

W przypadku układów zawierających lateks obrazy dyfrakcyjne uzyskane w różnych temperaturach są do siebie zbliżone.

3.3. Analiza mikrostruktury granicy międzyfazowej

Obrazy mikrostruktury przedstawiono na rys. 5. W układzie z zaczynem S1 zaobserwowano dużą ilość uwodnionych krzemianów wapnia (C-S-H). Faza ta charakteryzuje się stosunkowo słabymi właściwościami mechanicznymi, wynikającymi z relatywnie niskiego stopnia upakowania mikrostruktury, co prowadzi do ograniczonych oddziaływań na granicy faz. W konsekwencji wytrzymałość granicy faz jest niska.

Strefa kontaktowa układu z zaczynem S3 charakteryzuje się zwarłą, gęsto upakowaną mikrostrukturą ziarnistą. Na granicy faz obecne są liczne płytkowe kryształy wodorotlenku wapnia oraz znaczna ilość niezhydratyzowanych cząstek cementu. Składniki te wykazują wysoką gęstość upakowania oraz dużą wytrzymałość, co prowadzi do zwiększenia wytrzymałości granicy faz. Duża zawartość CH w produktach hydratacji układu S3 odpowiada za uzyskanie najwyższej wytrzymałości połączenia międzyfazowego. Oznacza to, że wytrzymałość wiązania na granicy faz jest bezpośrednio skorelowana z zawartością kryształów CH w danym układzie.

Warstwa kontaktowa układu z zaczynem S4 wykazuje nierówną powierzchnię, na której występują zarówno obszary gładkie, jak i fragmentaryczne mikrostruktury o charakterze ziarnistym. Gładkie obszary zidentyfikowano jako zwarte formy żelu uwodnionych krzemianów wapnia, natomiast w mikrostrukturze ziarnistej zaob-

It can be seen from Fig 3 that the cementation strength of the system adding fluid loss control additive is higher in the early stage of hydration. As the hydration age increases, the interface cementation strength begins to decrease. After 56 days of hydration, The intensity began to rise again and remained at a stable value. At different curing temperatures, the bonding strength of S5 is higher than that of several other cement slurries, and its bonding strength changes regularly. In the early stages of hydration, the bonding strength is high. As the curing age increases, the bonding strength decreases.

3.2. Hydration product analysis

Conduct XRD test analysis on samples of S1, S3, S4, and S5 systems at 50 °C and 80 °C curing temperatures. The test results are shown in Fig. 4.

It can be seen that in different cement slurry systems, their crystalline compounds are highly consistent, which are calcium hydroxide CH, dicalcium silicate hydrate C₂S, and calcium silicate hydrate C-S-H with poor crystallinity. Except for the latex system, when the hydration temperature increases, the CH structure crystal peak in the system begins to decrease, the crystallization performance decreases, and the calcium silicate hydrate C-S-H generated in the system increases, but due to poor crystallinity, it is difficult to detect it from the crystal peak. For a system containing latex, its diffraction images at various temperatures are consistent.

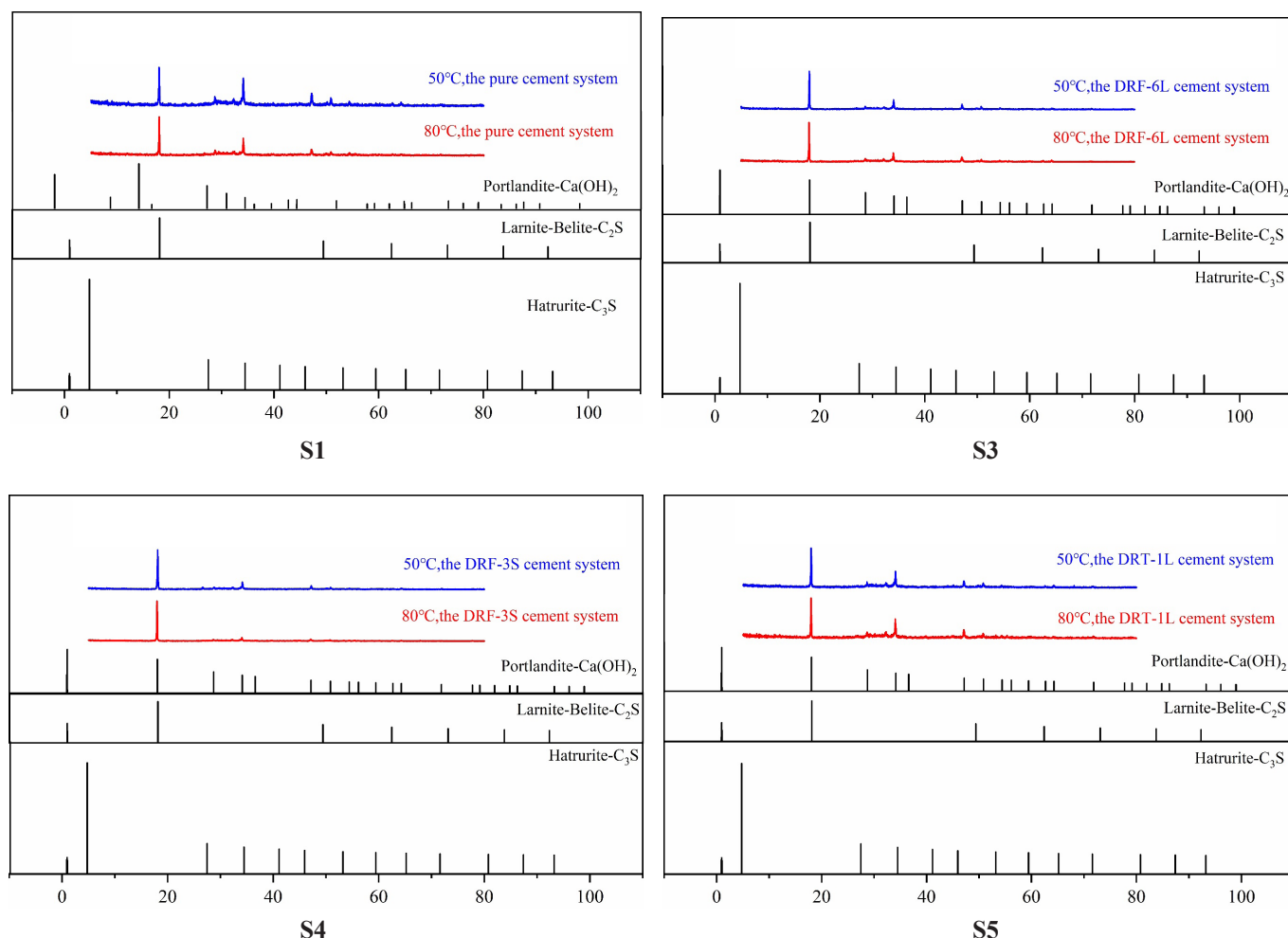
3.3. Interfacial microstructure

The microstructure under the scanning electron microscope is shown in Fig 5. There is a large amount of calcium silicate hydrate C-S-H structure inside the S1 system. Its mechanical properties are poor, due to relatively low packing, and thus the force interaction with the interface is low, and the interface cementation strength is low.

The S3 system interface exhibits a closely packed granular structure. Numerous flaky calcium hydroxide [CH] crystals and many unhydrated particles are present on the interface. These components exhibit high packing density and strength, thereby increasing frictional resistance at the interface and enhancing its bonding strength. The abundance of CH structures in the S3 system's hydration products contributes to the highest interfacial bonding strength. Therefore, the interfacial bonding strength is directly correlated with the CH crystal content within the system.

The S4 system interface, as observed under scanning electron microscopy, exhibits an uneven surface with both smooth and fragmented gravel-like structures. The smooth regions are identified as cohesive calcium silicate hydrate gel formations, while the gravel-like structures consist of ettringite, CH, and unhydrated cement particles. This combination results in strong interfacial bonding, high frictional resistance, and significant mechanical interlocking.

The S5 system interface, as observed under scanning electron microscopy, displays an uneven surface with numerous rod-like



Rys. 4. Dyfraktogramy XRD próbek dojrzewanych w różnych temperaturach.

Fig 4. XRD images at different temperatures.

serwowano ettringit, wodorotlenek wapnia oraz niezhydryzowane cząstki cementu. Taka kombinacja faz skutkuje silnym wiązaniem międzyfazowym, dużymi oporami tarcia oraz zazębianiem się poszczególnych elementów.

Interfejs układu z zaczynem S5 charakteryzuje się nierówną powierzchnią z licznymi pręcikowymi kryształami ettringitu oraz płytkowymi kryształami wodorotlenku wapnia. Na powierzchni układu obecny jest lateks, a pory stwardniałego materiału wypełnione są lateksem oraz ettringitem, co prowadzi do zwiększenia chropowatości powierzchni granicy faz. Wzbogacenie powierzchni w ettringit w istotny sposób przyczynia się do wzrostu wytrzymałości wiązania międzyfazowego.

3.4. Badanie rozkładu wielkości porów

Badanie porozymetrii rtęciowej [MIP] przeprowadzono dla próbek L1, L2, L3 oraz S5. Odpowiednie krzywe rozkładu porów przedstawiono na rys. 6.

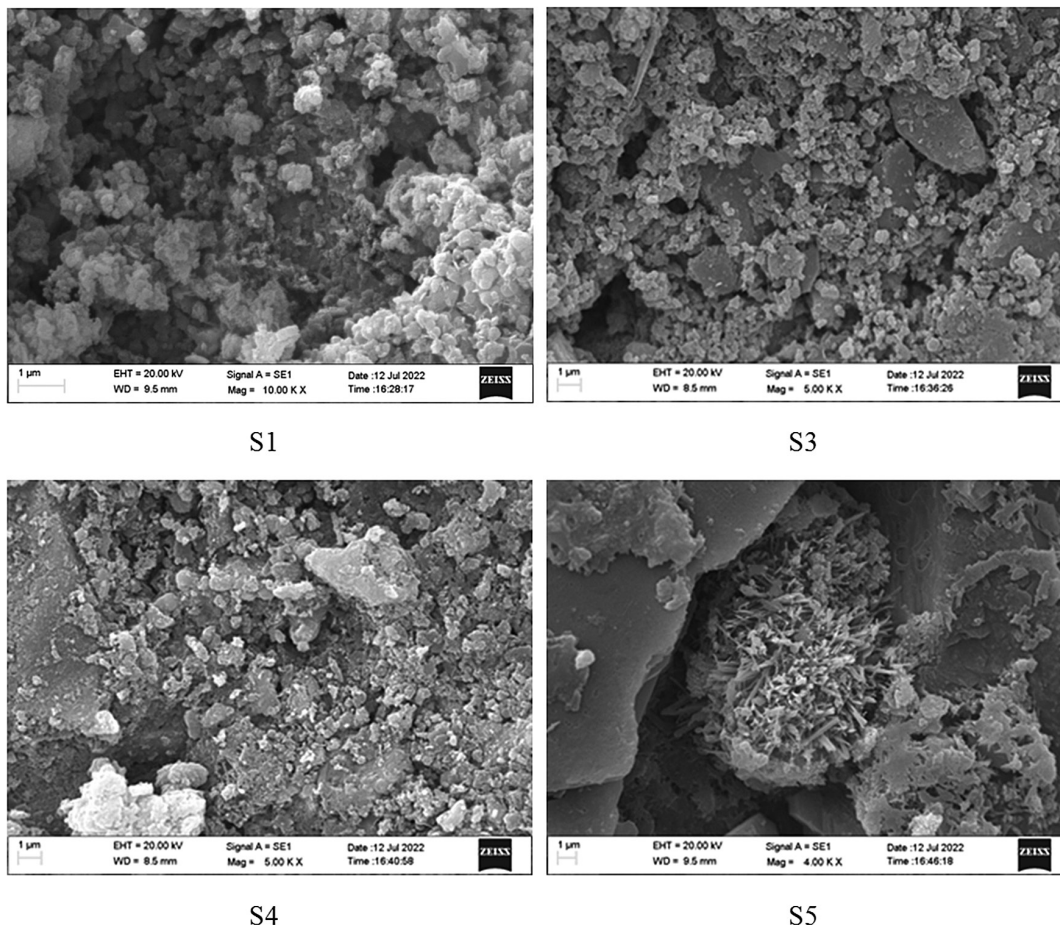
Zgodnie z klasyfikacją zaproponowaną przez Bute i in. (24), pory w stwardniałym zaczynie cementowym można podzielić na pory żelowe [<20 nm], pory przejściowe [$20\text{--}100$ nm], pory kapilarne [$100\text{--}200$ nm] oraz makropory [>200 nm]. Udział porów żelowych

ettringite structures and flaky calcium hydroxide structures. Latex is present on the system surface, and the pores of the solidified body are filled with latex and AFt structures, enhancing the roughness of the interface. The enrichment of AFt phases on the surface significantly increases the interfacial bonding strength.

3.4. Pore Size Distribution Test

Conduct a mercury intrusion porosimetry test on L1, L2, L3, and S5 of the first interface. The pore distribution diagram is shown in Fig 6.

Bute et al. classified the pores in the cement solidified body into gel pores [<20 nm], transition pores [$20\text{--}100$ nm], capillary pores [$100\text{--}200$ nm], and macropores [>200 nm] according to the pore size (24). The number of gel pores represents the amount of hydrated calcium silicate structure in the system, which is an important hydration product for later cement strength. In the early stage of hydration, the more capillary pores, the lower the degree of hydration, and the lower the system strength; the fewer capillary pores, the higher the cement stone packing density, the low system porosity, the higher the system strength. The surface is firm with a large coefficient of friction and good adhesion to the interface.



Rys. 5. Mikrostruktura strefy kontaktowej.

Fig. 5. Interface microstructure.

odzwierciedla ilość uwodnionych krzemianów wapnia w układzie, które stanowią kluczowy produkt hydratacji decydujący o późniejszej wytrzymałości kamienia cementowego. Na wczesnym etapie hydratacji większa liczba porów kapilarnych świadczy o niższym stopniu hydratacji i mniejszej wytrzymałości układu, natomiast ich ograniczenie prowadzi do zwiększenia gęstości zaczynu cementowego, obniżenia porowatości całkowitej oraz wzrostu wytrzymałości. Taka mikrostruktura sprzyja uzyskaniu zwartej powierzchni o dużym współczynniku tarcia i dobrej adhezji do granicy faz.

Na podstawie rozkładów wielkości porów przedstawionego na rys. 6 można stwierdzić, że wraz ze wzrostem stosunku woda/cement całkowita porowatość układu ulega zmniejszeniu, wzrasta udział porów żelowych, a udział porów kapilarnych maleje. Jednocześnie obserwuje się spadek liczby niehydratyzowanych cząstek cementu, co wskazuje, że zwiększenie stosunku woda/cement przyspiesza wczesny etap hydratacji oraz zwiększa zawartość żelu C-S-H w matrycy cementowej. Układ zawierający lateks charakteryzuje się najwyższą porowatością całkowitą, przy czym pory żelowe stanowią około połowy jej wartości. Wynika to z faktu, że cząstki lateksu same zawierają pory, co prowadzi do relatywnie wysokiego udziału porów żelowych w całym układzie.

3.5. Analiza mechanizmu oddziaływania

Zwiększenie stosunku woda/cement osłabia negatywny wpływ efektu mikroobszarowego odsączenia wody na proces hydratacji

It can be seen from the porosity diagram in Fig 6 that as the water-cement ratio increases, the overall porosity in the system decreases, the gel pores inside the system increase, the capillary pores decrease, and the cement particles without hydration reaction in the system that the decrease, shows that the increase in water-cement ratio increases the early hydration rate and increases the content of C-S-H gel inside the cement matrix. The latex system has the highest porosity, with gel pores accounting for half of the total. However, the latex particles have pores, so the gel pore content in the system is relatively high.

3.5. Mechanism analysis

Increasing the water-cement ratio weakens the negative impact of the micro-zone water-clearing effect on cement hydration, allowing more free water in the cement slurry to participate in the hydration reaction and improving the early bonding strength.

Nano-silica can accelerate the dissolution of cement in the early hydration stage, and hydrates nucleate on nano-silica particles. This acceleration contributes to the formation of the C-S-H gel. When other products remain unchanged, the more C-S-H gel has a better occlusal effect and relatively higher cementation strength.

The XRD test shows that the hydrated crystal structure of the cement stone is consistent, both of which are calcium silicate hydrate [C-S-H] structure and calcium hydroxide [CH] structure. Except

cementu, umożliwiając większemu udziałowi wody swobodnej w zaczynie cementowym uczestnictwo w reakcji hydratacji. W konsekwencji prowadzi to do poprawy wczesnej wytrzymałości strefy kontaktowej.

Dodatek nanokrzemionki przyspiesza rozpuszczanie składników cementu na wczesnym etapie hydratacji, a produkty hydratacji zarodkują na powierzchni cząstek nano-SiO₂. Efekt ten sprzyja intensywniejszemu tworzeniu żelu uwodnionych krzemianów wapnia [faza C-S-H]. Przy niezmiennym udziale pozostałych produktów hydratacji większa ilość żelu C-S-H zapewnia lepszy efekt ząbienia i relatywnie wyższą wytrzymałość łączenia.

Wyniki badań XRD wskazują, że skład, jeśli chodzi o krystaliczne produkty hydratacji zaczynu cementowego jest zasadniczo zbliżony we wszystkich analizowanych układach i obejmuje głównie uwodnione krzemiany wapnia [C-S-H] oraz wodorotlenek wapnia [CH]. Z wyjątkiem układu zawierającego lateks, w pozostałych trzech układach wraz ze wzrostem temperatury dojrzewania obserwuje się nieznaczne obniżenie intensywności refleksów dyfrakcyjnych CH.

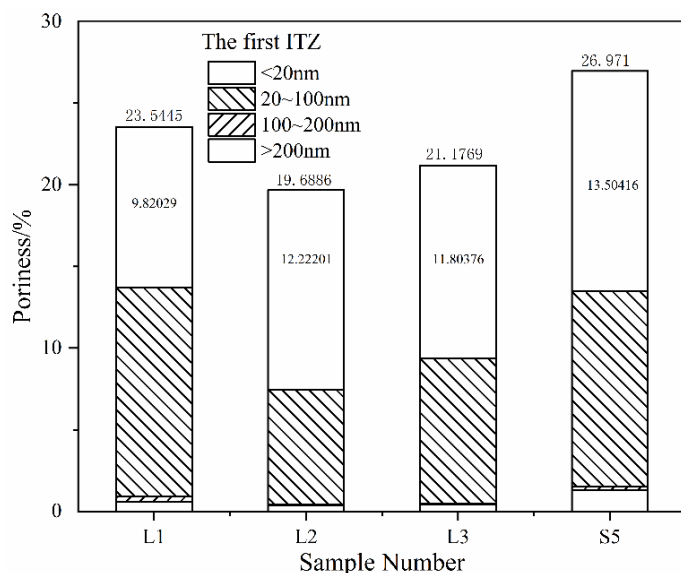
Główny mechanizm działania dodatków ograniczających filtrację na bazie AMPS polega na obecności w ich strukturze grup sulfonowych [–SO₃–], karboksylowych [–COO–] oraz amidowych [–CONH–], które nadają cząsteczkom polimeru silny ładunek ujemny. Po kontakcie z cząstkami cementu oddziaływania elektrostatyczne powodują adsorpcję łańcuchów polimerowych na powierzchni ziaren cementu oraz ich koncentrację w strefie przejściowej granicy faz, co prowadzi do jej zagęszczenia i zwiększenia wytrzymałości połączenia.

Mechanizm działania filmotwórczych dodatków ograniczających filtrację polega na tym, że liczne hydrofilowe grupy adsorpcyjne obecne w łańcuchach kopolimerów wiążą wodę swobodną w zaczynie cementowym, a splątanie łańcuchów polimerowych prowadzi do powstania trójwymiarowej struktury sieciowej. Struktura ta ogranicza wydzielanie się wody swobodnej oraz sedymentację cząstek cementu, tworząc na granicy faz warstwę filmu zapobiegającą powstawaniu kieszeni wodnych, przyspieszającą wczesny przebieg hydratacji i poprawiającą wytrzymałość cementacji na granicy faz.

Wpływ lateksu na granicę faz polega na tym, że cząstki lateksu, wchodząc w kontakt z zaczynem cementowym, tworzą masę żelującą, która zapewnia hydratację cementu wewnątrz tej struktury. Cząstki lateksu reagują ze sobą, tworząc trójwymiarową sieć przestrzenną, w której uwięzione są ziarna cementu oraz produkty hydratacji. Mechanizm ten prowadzi do zwiększenia zagęszczenia układu oraz istotnej poprawy stopnia cementacji na granicy faz.

4. Wnioski

1. Odpowiednie zwiększenie stosunku woda/cement lub zastosowanie dodatku nanokrzemionki sprzyja powstawaniu dużej ilości uwodnionych krzemianów wapnia, co w istotny sposób



Rys. 6. Diagram rozkładu wielkości porów.

Fig 6. Pore distribution map.

for the external latex system, the other three systems increase as the curing temperature increases. The system with a CH crystal structure peak showed a slight decrease.

The main mechanism of action of AMPS fluid loss control additives is: due to the presence of the sulfonic acid group [–SO₃–], carboxyl group [–COO–], amide group [–CONH–], and other groups in the fluid loss control additive, Significantly negative electricity, when the fluid loss control additive comes into contact with cement particles, the electrostatic attraction causes the polymer chains to be adsorbed on the surface of the cement particles and enriched in the interface transition zone, making the interface denser and improving the interface strength. The function of the film-forming fluid loss control additive is: a large number of hydrophilic adsorption groups in the copolymer molecular chain bind the free water in the cement slurry, and the molecular chains are entangled with each other to form a three-dimensional network structure, which hinders the precipitation of free water and cement particles. The settlement forms a layer of film on the interface that hinders the formation of water pockets, accelerates the early hydration process, and improves the interface cementation strength. The influence of latex on the interface: the latex particles contact the cement slurry to form a gelling mass, which ensures the hydration of the cement inside the gelling mass. The latex particles react to form a three-dimensional network structure, which network houses the cement particles and hydration products, ensuring It increases the density of the system and improves the degree of interface cementation.

4. Conclusion

1. Appropriately increasing the water-cement ratio or adding nano-silica is conducive to a large amount of hydrated calcium silicate, which is very helpful in improving the later cementing strength.

przyczynia się do poprawy późniejszej wytrzymałości strefy kontaktowej zaczyn-rura okładzinowa.

2. Dodatek środków ograniczających filtrację lub lateksu prowadzi do modyfikacji produktów hydratacji w strefie przejściowej granicy faz, zapobiegając tworzeniu się wyłącznie uwodnionych krzemianów wapnia na interfejsie. Jednocześnie sprzyja to oddziaływaniom pomiędzy dużą ilością powstającego wodorotlenku wapnia, uwodnionych krzemianów wapnia oraz cząstek cementu. Zwarte upakowanie mikrostruktury zwiększa mechaniczne zazębianie na granicy faz i poprawia wytrzymałość styku zaczynu z rurą okładzinową.
3. W temperaturze 50°C dodatki lateksowe są odpowiednie do poprawy wytrzymałości wiązania na granicy faz. Ze względu na skłonność lateksu do degradacji w temperaturach powyżej 80°C, w celu wzmocnienia granicy styku zaczynu z rurą okładzinową zaleca się stosowanie dodatków AMPS oraz filmotwórczych środków ograniczających filtrację.
4. Analiza produktów hydratacji w strefie przejściowej pomiędzy zaczynem z rurą okładzinową w temperaturze 80°C dostarczyła podstaw badawczych oraz wskazała kierunki dalszych prac ukierunkowanych na poprawę wytrzymałości tego złącza.

Konflikt interesów

Autorzy deklarują brak konfliktu interesów.

Podziękowania

Autorzy składają podziękowania za wsparcie finansowe udzielone w ramach projektów CNPC Science and Technology Project [2023DJ8308, 2021DJ4403] oraz Narodowej Fundacji Nauk Przyrodniczych Chin [National Natural Science Foundation of China] [52288101]. Autorzy dziękują również za wsparcie merytoryczne Centrum Materiałów Funkcjonalnych dla Płynów Roboczych w Przemysle Naftowo-Gazowym [Center of Functional Materials for Working Fluids of Oil and Gas Field, SWPU, Chiny].

Literatura / References

1. W. Zhai, C. Wang, X. Yao et al. Characteristics of polycarboxylate-based dispersant suitable for medium and low temperature oil well cementing. *Constr. Build. Mater.* **290**, 123239 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123239>
2. N. Agofack, S. Ghabezloo, J. Sulem et al. Experimental investigation of the early-age mechanical behaviour of oil-well cement paste. *Cem. Concr. Res.* **117**, 91–102 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.01.001>
3. L. Ming, D. Shuang, Y. Yongjin et al. Mechanical properties and microstructure of oil well cement stone enhanced with tetra-needle-like ZnO whiskers. *Constr. Build. Mater.* **135**, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.051>
4. B. Zhang, Z. Peng, C. Zou et al. Study on surface modification of CaSO₄ whisker and mechanism of enhancing mechanical properties of oil-well cement. *Colloids Surf. A* **618**, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.126408>

2. By adding fluid loss control additive or latex, the hydration products of the interface transition layer are changed to avoid the generation of a single hydrated calcium silicate on the interface, and promote the interaction between the large amount of calcium hydroxide generated, the hydrated calcium silicate and the cement particles. Close packing can improve the mechanical bite force of the interface and improve the bonding strength of the first interface.
3. At 50 °C, latex admixtures are suitable to improve the interface bonding strength. Latex is prone to decomposition above 80 °C, so AMPS and film-forming fluid loss control additives should be used to enhance the first interface.
4. The hydration products in the interface transition zone of the first cementing interface at 80°C were studied, which provided a research basis and ideas for improving the bonding strength of the first cementing interface.

Competing Interests

The authors declare that they have no competing interests.

Acknowledgment

The author would like to acknowledge the financial support by the CNPC Science and Technology Project [2023DJ8308, 2021DJ4403], the National Natural Science Foundation of China [52288101]. All authors also want to acknowledge the scientific assistance of the Center of Functional Materials for Working Fluids of Oil and Gas Field [SWPU, China].

5. Y. Bu, L. Tian, B. Guo et al. Experiment and simulation on the integrity of cement ring interface in deep water shallow formation. *J. Pet. Sci. Eng.* **190**, 107127 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107127>
6. Z. Yijin, L. Peiqing, T. Qian et al. Experimental study and analysis on the microstructure of hydration products on the well cementation second interface and interface strengthening strategies. *J. Pet. Sci. Eng.* **207**, 109095 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.109095>
7. S. Stryczek, A. Gonet, M. Kremieniewski, Special cement slurries for strengthening salt rock mass. *Energies* **15**, 6087 (2022). <https://doi.org/10.3390/en15166087>
8. M. Kremieniewski, Influence of Hblock fine-grained material on selected parameters of cement slurry. *Energies* **8**, 2768 (2022). <https://doi.org/10.3390/en15082768>
9. H. Zhang, Experimental Study on Prediction of Cement Sheath Failure. China University of Petroleum, Beijing (2020).
10. G. Yang, K. Liu, X. Zeng, R. Liu, J. Ai, L. Hao, Experimental analysis and discussion on cement sheath failure caused by the varied casing internal pressure in shale gas wells. *Sci. Technol. Eng.* **21**, 5311–5317 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107548>
11. M. Fan, Study on the Casing Deformation and the Cement Sheath Sealing Failure Mechanism during the Shale Well Volume Fracturing Process. China University of Petroleum, Beijing (2018).
12. P. Huang, Y. Li, D. Li, H. Fan, D. Liu, Experimental study on radial cementation strength of the first cementing interface in HTHP wells. *China Pet. Mach.* **49**, 39–44 (2021). <https://doi.org/10.16082/j.cnki.issn.1001-4578.2021.01.007>
13. X. Lin, Analysis of the influence of cementing cement slurry performance on cementing quality. *Sci. Technol. Innov.* **16**, 83 (2022).
14. Y. Yan, Z. Guan, J. Jiang, W. Yang, Experimental study on crack characteristics of cementing cement under the action of shaped charge jet. *J. Xi'an Shiyu Univ. (Nat. Sci. Ed.)* **35**, 55–61 (2020). <https://doi.org/10.3969/j.issn.1673-064X.2020.01.008>
15. X. Wu, D. Li, Q. Bian et al. Preliminary study of a composite process in concrete manufacture. *Cem. Concr. Res.* **17**, 709–714 (1987). [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(87\)90033-0](https://doi.org/10.1016/0008-8846(87)90033-0)
16. K.O. Kjellsen, B. Lagerblad, Microstructure of tricalcium silicate and Portland cement systems at middle periods of hydration—development of Hadley grains. *Cem. Concr. Res.* **37**, 13–20 (2007). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.09.008>
17. M. Zu, Accurate Interpretation and Evaluation of Complex Structure on Puzaoying Area of Langgu Sag. Yangtze University (2013).
18. C. Li, Study on the Technology of Improving the Interfacial Sealing Quality of High Permeability and Low Pressure Layer in Changyuan Oilfield. Northeast Petroleum University, Heilongjiang (2016).
19. L. Jiao, K. Yao, C. Li, N. Mou, F. Wang, Y. Zheng, The influence of isolation fluid materials for cementing on the quality of interface bonding. *Drill. Prod. Technol.* **42**, 104–107 (2019).
20. Z. Jian, Y. Guang, K.V.B. Klaas, Characterization of pore structure in cement-based materials using pressurization–depressurization cycling mercury intrusion porosimetry (PDC-MIP). *Cem. Concr. Res.* **40**, (2010). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.02.011>
21. L. Zhang, Q. Mao, W. Wu et al. Research on improving the impermeability of cement-based materials through interface modification of water absorbing microcapsules. *Silic. Notif.* **41**, 2663–2671 (2022). <https://doi.org/10.16552/j.cnki.issn1001-1625.2022.10.018>
22. M. Kremieniewski, S. Stryczek, Use of calcium aluminate cements as binders in sealing slurries for drilling technologies. *Cem. Wapno Beton* **22**(3) 215–226, (2019).
23. B. Wang, R. Wang, The hydration law of cementing cement slurry. *J. China Univ. Pet.* **34**, 66 (2010).
24. J. Bao, Y. Li, B. Xie, Research progress on pore structure of cement concrete. (2010).
25. A. Piłkowska, J. Ziaja, M. Kremieniewski. Influence of the addition of silica nanoparticles on the compressive strength of cement slurries under elevated temperature condition. *Energies* **14**, 5493 (2021). <https://doi.org/10.3390/en14175493>