◀钻井完井▶

doi:10.11911/syztjs.2020129

引用格式：刘浩亚，鲍洪志，刘亚青，等. 改性高铝水泥浆的负温硬化性能及其增强机制 [J]. 石油钻探技术，2021, 49(2)：54-60.

LIU Haoya，BAO Hongzhi，LIU Yaqing, et al. Hardening properties and enhancement mechanisms of modified alumina cement at minus temperature [J]. Petroleum Drilling Techniques, 2021, 49(2)：54-60.

改性高铝水泥浆的负温硬化性能及其增强机制

刘浩亚[1]， 鲍洪志[1]， 刘亚青[2]， 何青水[1]， 胡志强[1]， 金 鑫[1]

（1. 中国石化石油工程技术研究院，北京 102206；2. 中国石油集团渤海钻探工程有限公司钻井技术服务分公司，天津 300280）

摘 要：针对负温环境下固井水泥浆水化反应减缓甚至停滞，导致固井施工难以进行的问题，开展了改性高铝水泥浆的硬化特性优化和早期强度的增强机制研究。在 0，−10 和−18 ℃ 温度下，进行了改性高铝水泥浆的凝结时间、流动度及抗压强度等性能对比试验，研究了负温环境下水泥浆关键性能的变化规律及与凝结时间调节剂 SCEG 之间的关系；在分析水化产物物相组成和微观结构的基础上，研究了水泥浆负温硬化机制，并通过添加石膏促进 AFt 生成来提高水泥石的抗压强度。试验表明：−18～0 ℃ 温度下，改性高铝水泥浆中添加占水泥质量 0～3% 的 SCEG，该水泥浆可在 0.3～6.0 h 内硬化；该水泥浆 24 h 抗压强度达 9.7～11.2 MPa，添加占水泥质量 10%～15% 的石膏后，水泥石抗压强度可提高 30% 左右。XRD 测试发现，负温环境下水泥水化矿物主要为铝酸盐熟料而非硅酸盐熟料，产物主要为 $Ca_2Al(Al,Si)_2O_7$、AFm、AFt 及少量硅酸盐水化产物 C–S–H，且 AFt 含量越高，水泥石抗压强度越高。研究表明，改性高铝水泥具有良好的负温硬化能力，添加适量的石膏可提高水泥水化产物中 AFt 的含量，有助于提高水泥石的抗压强度。

关键词：负温环境；固井；改性高铝水泥；水化；钙矾石；早期强度

中图分类号：TE256$^+$.7 **文献标志码：**A **文章编号：**1001–0890(2021)02–0054–07

Hardening Properties and Enhancement Mechanisms of Modified Alumina Cement at Minus Temperature

LIU Haoya[1], BAO Hongzhi[1], LIU Yaqing[2], HE Qingshui[1], HU Zhiqiang[1], JIN Xin[1]

(1. *Sinopec Research Institute of Petroleum Engineering, Beijing,* 102206*, China*; 2. *Drilling Technology Service Company, CNPC Bohai Drilling Engineering Company Limited, Tianjin,* 300280*, China*)

Abstract: Because the hydration reaction of cement is unable to proceed below the freezing point and hinders cementing, a research on the hardening properties optimization and enhancement mechanism for early strength of modified alumina cement was conducted. Changes in setting time, fluidity and compressive strength of cement at different temperatures of 0, −10, and −18 °C were compared, and the relationship between these changes at different temperatures and the setting time modifier SCEG was studied. Based on the analysis of phase compositions and microstructures of hydration products, the mechanism of hardening of cement at minus temperature was studied, and gypsum was added to promote the formation of AFt so as to enhance the compressive strength of hardened cement paste. The experiment demonstrated that the cement can be hardened within 0.3–6.0 hour when SCEG about 0–3% cement mass is added to the modified alumina cement from 0 °C to −18 °C. In that case, its compressive strength can reach 9.7–11.2 MPa within 24 hours and even rise 30% after gypsum about 10%–15% cement mass is added. X-ray diffraction (XRD) analysis indicates that the main hydrated mineral in the cement is aluminate clinker instead of silicate clinker at minus temperature, with $Ca_2Al(Al,Si)_2O_7$, AFm, AFt, and a few C—S—H as the main products. To be specific, a higher content of AFt can bring higher compressive strength of hardened cement paste. The results show that modified alumina cement possesses optimized hardening properties at minus temperatures, and appropriate amount of gypsum can increase the content of AFt in hydration products, improving the compressive strength of hardened cement paste.

Key words: minus temperature; cementing; modified alumina cement; hydration; ettringite; early strength

收稿日期：2020-04-10；**改回日期：**2020-10-14。

作者简介：刘浩亚（1985—），男，天津人，2009 年毕业于中国地质大学（武汉）材料科学与工程专业，2016 年获俄罗斯圣彼得堡国立矿业大学油气井工程专业副博士学位，助理研究员，主要从事油气井井筒工作液方面的研究。E-mail: liuhy.sripe@sinopec.com。

基金项目：中国石化科技攻关项目“天然气水合物钻完井关键技术与取心装备研制”（编号：P20040-3）资助。

极地冷海地区蕴含的丰富油气资源多分布在永久冻土层，终年温度–5～–8 ℃，局部温度低至–15 ℃以下[1–3]。石油固井应用的低温水泥浆主要针对深海表层套管固井环境而开发，适用温度 2～15 ℃。负温环境使水泥浆难以有效水化硬化[4–5]，导致无法保护和支撑套管、封隔油气水层，无法保障后续钻井作业的进行，给现有固井水泥浆技术带来了极大的挑战。

在建筑行业，为保证能在寒冷的冬季进行混凝土工程施工，往往采用预热水和骨料、表面覆盖保温材料、铺设暖棚和加热桩等物理方法保温加温，以促进水泥低温水化[6]；但是，类似方法不适用于复杂的油气建井工程。目前，可满足冻土层（低于 0 ℃）固井的负温水泥浆体系的缺失及负温下水化理论研究的不足，严重制约着极地冷海冻土区勘探开发工作的开展。因此，开展负温水泥浆开发并研究其硬化机制，对极地冷海地区的固井非常迫切，是我国长远能源发展的重要战略储备，对开发北极、亚北极及深海领域油气资源具有深远意义[7]。

实现水泥浆负温下的快速硬化，既要保证水泥浆体系中存在充足液相水，又要促进水泥颗粒和液相水的硬化反应高效进行。研究表明[8]：负温水泥浆开发的关键是防冻和促凝，多元盐复配可增强盐类促凝、降低水泥浆液相冰点；辅以尿素和水溶性纤维素，可进一步增强防冻促凝效果，提高流动性；添加表面活性剂，可优化水泥颗粒水化膜离子组成，减少盐用量，保护水泥初期水化产物的结构。经多次试验，在研制兼具防冻和促凝效果的防冻早强剂（SCLC-1）的基础上，以优化粒径分布的铝-硅酸盐复配水泥为主体材料，研究形成了一种改性高铝水泥浆体系，可满足冻土区极寒环境下的固井需要[9]。基于此，笔者通过对比试验，研究了负温环境下该水泥浆的硬化能力及关键性能与主要组分的关系，并从水化产物微观结构方面分析了其早强机制。

1　水泥浆负温硬化性能试验

1.1　试验材料与仪器

试验材料包括改性高铝水泥（自制），负温防冻早强剂 SCLC-1（自制），醇氨类促凝剂 TEL 和凝结时间调节剂 SCEG（自制）。

试验仪器：OWC-930UD 型恒速搅拌机，UW820S 电子天平，4207D 型压力机，冷冻干燥机，冰箱，水泥凝结时间测定仪。

1.2　试验方法

将负温防冻早强剂 SCLC-1 均匀溶解于水中，形成配浆溶液后置于冰柜中进行预降温，使溶液温度降至试验目标温度（0 ℃、–10 ℃、–18 ℃），取出预冷冻后的配浆溶液配制水泥浆，并测试相关性能。具体试验过程参见文献 [9]。

1.3　试验结果与讨论

1.3.1　负温下水泥浆的凝结时间

负温水泥开发的关键是实现水泥浆的高效硬化，因此凝结时间是评价水泥浆性能的重要指标。不同 SCEG 加量改性高铝水泥浆的负温凝结时间试验结果见表 1。

表 1　改性高铝水泥浆负温凝结时间试验结果

Table 1　Setting time of modified alumina cement at minus temperature

试验温度/℃	SCEG加量, %	初凝时间/min	终凝时间/ min
0	0	20	35
	3.0	85	204
	9.0	205	258
	15.0	275	453
	25.0	—	—
–10	0	23	87
	3.0	130	245
	6.0	279	497
	10.0	507	1 400
	15.0	—	—
–18	0	26	46
	1.0	107	162
	1.5	141	235
	2.0	265	547
	3.0	397	719

注：基浆为220 mL SCLC-1溶液+2.5 g TEL+500 g改性高铝水泥，其中SCLC-1溶液中溶质含量为20%，下同；如未特殊说明，本文所有外加剂加量均为与水泥的质量比；“—”表示未测出，即7 d未凝。

由表 1 可知，该水泥浆在养护温度为 0，–10 和 –18 ℃ 时，均可在 30 min 内凝固。养护温度为 0 ℃，缓凝剂 SCEG 加量为 0～15% 时，水泥浆初凝时间可调节在 0.3～4.5 h，SCEG 加量超过 25% 时水泥浆不再凝固；养护温度为–10 ℃，缓凝剂 SCEG 加量为 0～10% 时，初凝时间可调节在 0.4～8.0 h，SCEG 加量超过 15% 时水泥浆不再凝固；养护温度为–18 ℃，缓凝剂 SCEG 加量为 0～3% 时，初凝时间可调节在

0.5～6.0 h。

总体而言，养护温度越低，SCEG 加量越高，水泥浆凝结速度越慢，初凝、终凝时间越长，SCEG 加量过高会终止水泥水化，可见在负温防冻早强剂 SCLC-1 提供较强促凝作用的基础上，具有防冻和缓凝性能的醇类 SCEG 可将水泥浆凝结时间调节至适当范围。

1.3.2　负温下水泥浆的流动度

目前，常规水泥浆稠化仪均为室温及以上温度设计，不具备冷冻功能，其测试温度最低为室温，比负温水泥的真实使用温度至少高出 10～20 ℃。过高的温度使原本适用于低温环境促凝剂的作用效果增强，导致水泥浆过快水化，稠度急速升高，且环境温度越高，稠度变化越大，测试结果越不真实。直接将常规稠化仪直接置于负温环境，还存在仪器内润滑油酯化、电路结霜等问题，所以目前尚未实现负温下水泥浆稠化曲线测试。因此，采用预先冷冻水泥浆配浆溶液，快速配浆，保持水泥浆体温度，之后迅速测试其流动度，试验结果见表 2。

表 2　改性高铝水泥浆负温流动度试验结果

Table 2　Fluidity of modified alumina cement at minus temperatures

试验温度/℃	SCEG加量, %	流动度/cm
0	0	13
	1.0	14
	1.5	16
	2.0	16
	3.0	17
	3.5	18
–10	0	16
	1.0	16
	1.5	17
	2.0	17
	3.0	18
	3.5	18
–18	0	16
	1.0	17
	1.5	16
	2.0	17
	3.0	18
	3.5	19

由表 2 可知：温度为 0 ℃ 左右时，SCEG 加量 0～3.5% 改性高铝水泥浆的流动度为 13～18 cm；温度为–10 ℃ 左右时，其流动度为 16～18 cm；温度为 –18 ℃ 左右时，其流动度为 16～19 cm；各温度段该水泥浆的流动性能良好，且流动度随着 SCEG 加量增大而增大。温度越低，SCEG 加量 0～3.5% 改性高铝水泥浆的流动性越好，这与低温减缓水泥浆建立胶凝结构速度有关；缓凝剂 SCEG 为醇类，起到了一定的稀释作用，可进一步增强水泥浆的流动性能。

1.3.3　负温下水泥的抗压强度

为研究改性高铝水泥硬化后的抗压强度，将 SCEG 加量为 0～3.5% 的水泥浆基浆分别置于冰箱内（温度分别为 0，–10 和–18 ℃）养护 24 h 后取出，立刻测试其抗压强度，结果如图 1 所示。

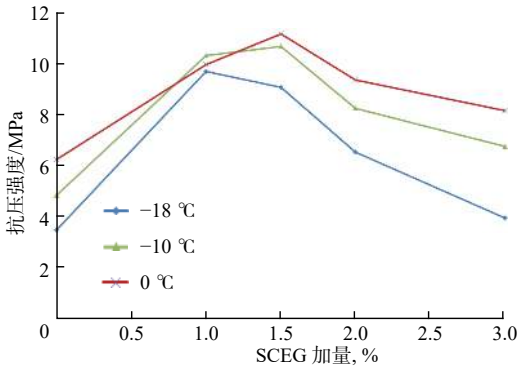


图 1　不同温度下改性高铝水泥的抗压强度（养护 24 h）

Fig.1　Compressive strength of modified alumina cement at different temperatures (24 h)

从图 1 可以看出，养护温度越低，改性高铝水泥石的抗压强度越低。

由此可知，温度是影响水泥水化程度的重要因素，温度低，则水泥水化反应速率慢，水化生成的产物也就少；养护温度过低，不仅会减缓甚至阻滞水泥水化反应的进行，甚至会破坏其初期水化产物结构[9]，大幅降低水泥石强度。

此外，随着 SCEG 加量增大，不同养护温度下的抗压强度都呈先增高后降低的变化趋势，其中 0 ℃ 下养护 24 h 后的抗压强度为 6.3～11.2 MPa，SCEG 加量约为 1.5% 时抗压强度最高；–10 ℃ 下养护 24 h 后的抗压强度为 4.8～10.7 MPa，同样 SCEG 加量约为 1.5% 时抗压强度最高；–18 ℃ 下养护 24 h 后的抗压强度为 3.54～9.70 MPa，SCEG 加量约为 1.0% 时抗压强度最高。不同温度下的改性高铝水泥石抗压强度均可满足支撑套管的需求（≥3.5 MPa）。试验表明，养护温度为 0～–18℃、SCEG 加量为 1.0%～

1.5% 时，改性高铝水泥石抗压强度达到 9.0～11.2 MPa，远大于同温度下冰的抗压强度（冰在–15～–20 ℃下的极限抗压强度为 3.51～4.05 MPa[10]，因此可以排除强度由冰晶产生的可能），但当 SCEG 加量超过 1.5% 后，抗压强度开始降低。

前期研究发现[11]：AFt 的含量在很大程度上影响水泥石的抗压强度。鉴于水泥水化形成的 AFt 会随着铝酸钙的水化向 AFm 转化，AFt 后期生成与存在量和铝酸钙与石膏含量的比例有关[12]：石膏含量相对较低，则几天后在 XRD 谱中就无法观察到 AFt 特征峰；石膏含量较高，则一直可观测到 AFt 特征峰的存在，甚至后期峰强还有微小增长。因此，笔者推测提高改性高铝水泥浆体系石膏的含量，可促进 AFt 的生成，提高水泥负温下的早期抗压强度。于是，笔者尝试在“改性高铝水泥浆基浆+1.5% SCEG”配方中添加不同量的石膏，并在–18 ℃ 下养护 24 h 后测试其抗压强度，结果如图 2 所示。

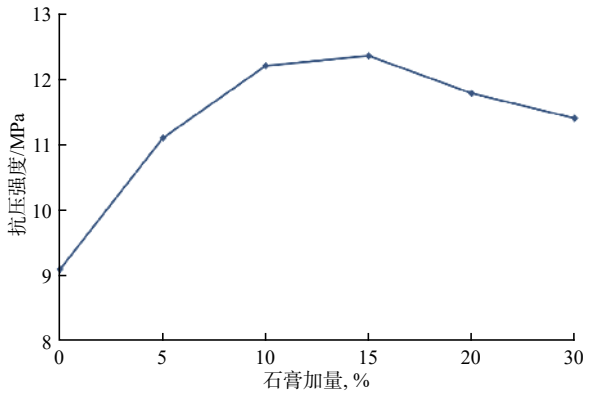


图 2　不同石膏加量改性高铝水泥石的负温抗压强度（–18 ℃/24 h）

Fig.2　Compressive strength of modified alumina cement containing different amount of gypsum at minus temperature (–18 ℃/24 h)

由图 2 可知，石膏加量不高于 30% 时，在–18 ℃ 下养护 24 h 改性高铝水泥石的抗压强度均有所提高。但石膏加量由 0 向 30% 增加过程中，抗压强度呈先升高后降低的趋势，这可能与水泥浆内石膏大量剩余、降低了水泥水化产物的相对含量有关。石膏加量为 10%～15% 时，水泥石强度可达到峰值 12 MPa；比未添加石膏时（9 MPa）提高 30% 以上。可见，适当提高石膏加量，可显著提高改性高铝水泥石的负温抗压强度，优化机械性能。石膏对该水泥浆的其他性能也有影响。为此，测试了“改性高铝水泥浆基浆+1.5%SCEG”加入不同量石膏后在–18 ℃ 下的其他性能，结果见表 3。

表 3　石膏加量对改性高铝水泥浆性能的影响（–18 ℃）

Table 3　Influence of amount of gypsum on modified alumina cement performance (–18 ℃)

试验编号	石膏加量, %	流动度/cm	凝结时间/min	
			初凝	终凝
1	0	16	141	235
2	5	17	170	253
3	10	17	182	265
4	15	18	175	242
5	20	16	142	230
6	30	14	113	210

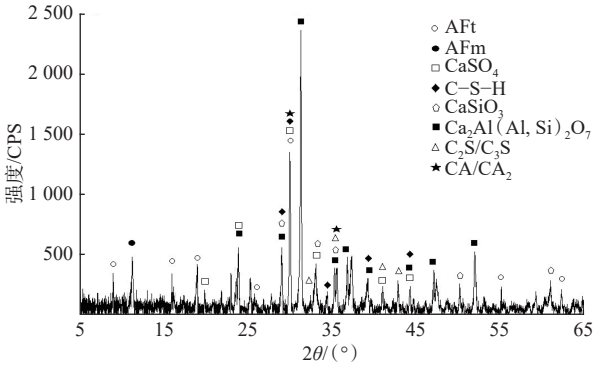
由表 3 可知，石膏加量较小时，其能在短时间内溶解并与水泥浆中的铝组分发生水化反应，生成物附着在熟料颗粒表面，阻碍水和离子的进入，延缓水泥水化，使流动度提高，凝结时间延缓；石膏加量过高，其溶解需要消耗水分，使水泥浆稠度增大，流动度降低，凝结时间缩短。

2　水化产物结构与增强机制

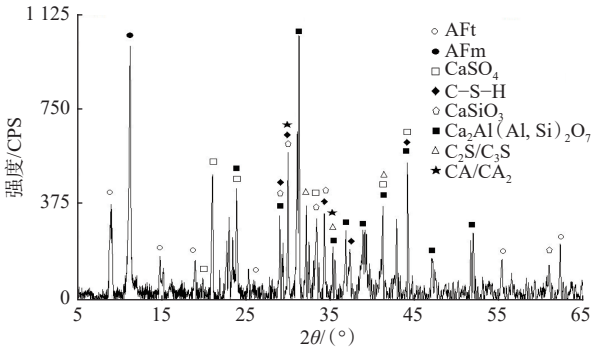
分析负温环境下养护的改性高铝水泥水化产物的物相结构发现[11]：该水泥浆水化 24 h 后的产物主要由 AFm、AFt、C–S–H、$Ca_2Al(Al, Si)_2O_7$ 及未完全水化的水泥熟料颗粒等构成，其中 C–S–H 和 $Ca_2Al(Al, Si)_2O_7$ 的特征峰强度较弱，说明其含量较少；剩余的未水化矿物 CA、CA_2、C_2S 和 C_3S 的特征峰明显，说明剩余熟料含量高，水泥低温水化程度低。值得注意的是：负温条件下，水泥水化产物中 AFt 的含量较常温条件下更高。很多学者认为 AFt 对水泥石力学性能、孔隙率和体积稳定性等方面都具有重要作用[13]。鉴于此，可认为负温环境下提高水泥石抗压强度的主要支撑矿物为 AFt 而非 C–S–H，即负温下改性高铝水泥主要的有效熟料应为 CA 和 CA_2 而非 C_3S 和 C_2S，所以为了提高改性高铝水泥石负温强度，应促进 AFt 的生成和转化。

根据溶解沉淀理论，水泥水化过程中，石膏与铝酸钙分别溶解于水中，然后水解产生的 Ca^{2+}、SO_4^{2-}、AlO_2^- 和 OH^- 等离子进行反应生成 AFt，其中游离的 Ca^{2+}、SO_4^{2-}、OH^-、$Al(OH)_4^-$ 浓度越高，越有利于 AFt 的生成[14]。因此，改性高铝水泥中添加不同量的石膏，以增大水泥浆液相中 Ca^{2+} 和 SO_4^{2-} 的浓度，促进 AFt 的生成，并采用 XRD 和 SEM 分别测试试

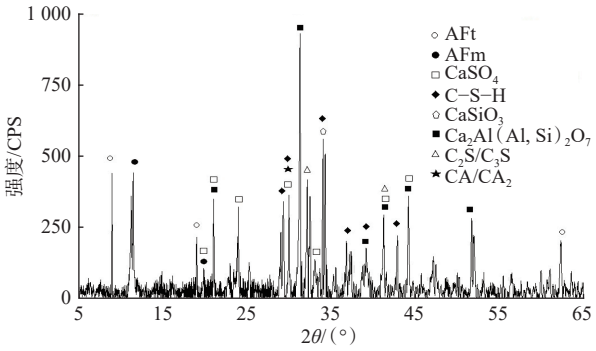
验样品的组成和观测其微观结构。测试和观测前，为确保获取样品低温下的真实结构信息，需将测试样品置于乙醇中终止水化后、在冷冻干燥机内（设置为养护温度环境）进行干燥，然后再进行测试和观测。该组水泥浆样品养护 24 h 后的水化产物 XRD 测试图谱如图 3 所示。



（a）石膏添加量 0%，水泥石抗压强度 9.10 MPa



（b）石膏添加量 15%，水泥石抗压强度 12.35 MPa



（c）石膏添加量 20%，水泥石抗压强度 11.78 MPa

图 3　–18 ℃ 下改性高铝水泥水化产物 XRD 图谱

Fig.3　XRD of hydration products of modified alumina cement at –18 ℃

图 3（a）显示改性高铝水泥石的主要水化产物为 AFm、C–S–H、AFt、$Ca_2Al(Al, Si)_2O_7$ 和少量 $CaSO_4$，以及水泥未完全水化熟料 CA、CA_2、C_2S 和 C_3S 颗粒等成分。其中，2θ=9.1°处的 AFt 特征峰较弱，而 2θ=21.0°处的石膏为水泥生产厂商加入，含量较低；2θ=29.0°和 31.0°处的 C–S–H 和铝硅酸盐水泥水化产物 $Ca_2Al(Al, Si)_2O_7$ 的特征峰较窄[15–16]，说明其含量较低；且 2θ=32.0°和 35.0°处的水泥未水化矿物 C_2S、C_3S、CA 和 CA_2 的特征峰明显，说明低温下水泥的水化程度很低，导致其抗压强度较低。

图 3（b）显示的主要水化产物种类与图 3（a）类似，主要区别在于：2θ=9.1°和 11.0°处的 AFt 和 AFm 特征峰明显更强，说明其含量增多，大量的 AFm 可能为 AFt 转化所得[16]；2θ=21.0°处的石膏特征峰大幅增强，这是加入了更多石膏所致。由此可知，石膏可以促进 AFt 的生成，而 AFt 的增多明显提高了水泥石的抗压强度。

从图 3（c）可以看出，其水化产物组成与图 3（b）相比变化不大。2θ=9.1°处的 AFt 特征峰强度与石膏加量 15% 的样品类似，但相对含量降低，石膏特征峰则大幅增强，分析认为这是加入石膏过多所致。由此可知，石膏与铝酸钙反应生成 AFt，但其加量需适量。前人研究表明[14]，当 C_3A 和 $CaSO_4{\cdot}2H_2O$ 的摩尔比为 1∶3 时，AFt 是主要水化产物，若石膏添加过量，会使其大量剩余，进而降低 AFt 的相对含量，导致水泥石整体抗压强度降低。

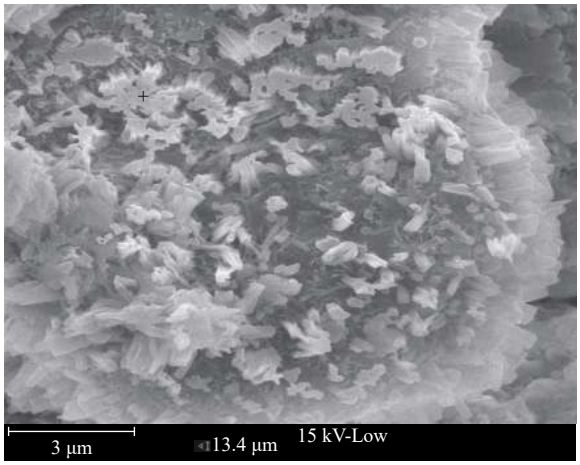
为了研究改性高铝水泥水化产物的微观形态，利用扫描电镜对该水泥水化产物的自然断面进行了观测，分析了关键矿物的能谱，结果见图 4、表 4 和图 5。

由图 4、表 4 可知，在改性高铝水泥浆中添加 15% 石膏，在–18 ℃ 养护下水化 7 d 的水化产物中存在大量针状或六棱柱状晶体，EDS 显示该矿物 Ca/Al 约为 7，Ca/O 约为 6，符合高结晶水 AFt 的结构特征，其硫元素的缺失与 SO_4^{2-} 被 Cl^- 及 OH^- 离子取代有关[17]。

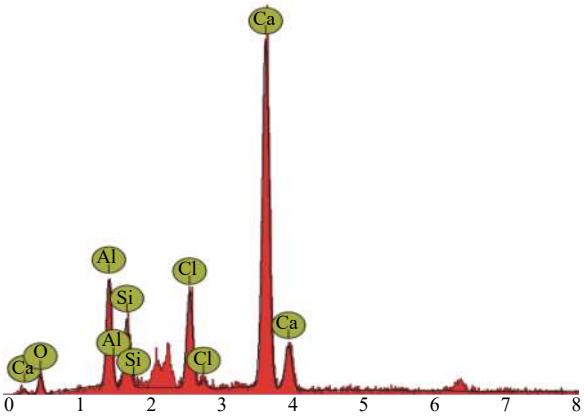
由图 5 可知，改性高铝水泥水化产物中，在板状石膏和水泥熟料颗粒表面生成大量的针柱状 AFt。AFt 是一种质地坚硬的矿物，它们相互胶结在一起，将不定形铝胶（AH_3）、水化铝酸钙等水化产物包裹在内[18]，该结构的增多在一定程度上弥补了负温降低水泥矿物颗粒水化程度造成的不利影响，对提高水泥石的整体抗压强度可起到积极作用。

3　结论与建议

1）改性高铝水泥浆具备良好的负温硬化能力，在凝结时间调节剂 SCEG 的作用下，–18～0 ℃ 温度条件下可在 0.3～6.0 h 内硬化，24 h 抗压强度可达 9.7～11.2 MPa。



（a）电镜扫描照片



（b）能谱分析结果

图 4　改性高铝水泥在–18 ℃ 养护下水化 7 d 的水化产物及能谱分析结果（石膏加量 15%）

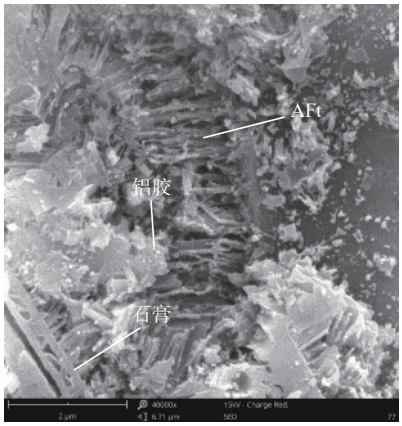
Fig. 4　SEM and EDX of hydration products of modified alumina cement containing 15% gypsum at –18 ℃ (7 d hydration)

表 4　光标处水泥水化产物能谱分析结果

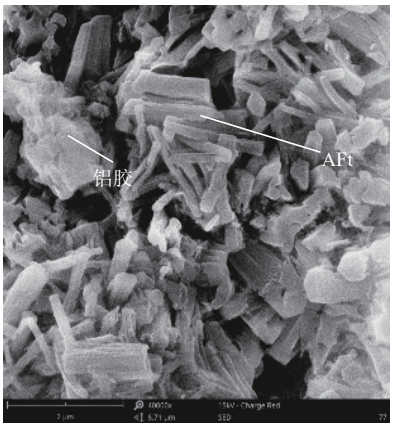
Table 4　EDX analysis result on the cursor of hydration products of modified alumina cement

原子序数	元素符号	原子个数比, %	质量比, %
8	O	75.81	59.01
20	Ca	12.52	24.42
14	Si	7.90	10.80
17	Cl	2.00	3.45
13	Al	1.77	2.32

2）负温环境下改性高铝水泥的主要水化熟料是铝酸盐矿物而非硅酸盐矿物，水泥水化产物中可支撑强度的主要矿物为 AFt，添加适量的石膏可促进 AFt 的生成，进而对改性高铝水泥早期强度起到积极作用。



（a）观测结果 1



（b）观测结果 2

图 5　–18 ℃ 养护下水化 7 d 的改性高铝水泥水化产物不同断面位置形貌（石膏加量 15%）

Fig. 5　Morphologies of different sections of hydration products of modified alumina cement containing 15% gypsum at –18 ℃ (7 d hydration)

参　考　文　献

References

[1] 杨进, 路保平. 极地冷海钻井技术挑战及关键技术 [J]. 石油钻探技术, 2017, 45(1): 1–7.
YANG Jin, LU Baoping. The challenges and key technologies of drilling in the cold water area of the Arctic[J]. Petroleum Drilling Techniques, 2017, 45(1): 1–7.

[2] HAMILTON J M. The challenges of deep-water Arctic development[J]. International Journal of Offshore and Polar Engineering, 2011, 21(4): 241–247.

[3] 邱礼泉, 刘东明, 孔广胜, 等. 温度测井在东北冻土区天然气水合物勘查中的应用 [J]. 物探与化探, 2017, 41(6): 1215–1219.
QIU Liquan, LIU Dongming, KONG Guangsheng, et al. The application of temperature logging to the gas hydrate resource exploration in permafrost areas of Northeast China[J]. Geophysical and Geochemical Exploration, 2017, 41(6): 1215–1219.

[4] 王成文, 王瑞和, 陈二丁, 等. 锂盐早强剂改善油井水泥的低温性能及其作用机理 [J]. 石油学报, 2011, 32(1): 140–144.
WANG Chengwen, WANG Ruihe, CHEN Erding, et al. Perform-

ance and mechanism of the lithium-salt accelerator in improving properties of the oil-well cement under low temperature[J]. Acta Petrolei Sinica, 2011, 32(1): 140–144.

[5] 赵琥，邱超，宋茂林，等. 深水固井低温水泥外加剂的开发及应用 [J]. 石油钻探技术，2012，40(4)：72–75.
ZHAO Hu, QIU Chao, SONG Maolin, et al. Development and application of additive in deepwater cementing[J]. Petroleum Drilling Techniques, 2012, 40(4): 72–75.

[6] KIM S W, PARK W S, EOM N Y, et al. Influence of curing temperature on the compressive strength of high performance concrete[J]. Applied Mechanics and Materials, 2014, 597: 316–319.

[7] 杨进，路保平. 极地冷海钻井技术挑战及关键技术 [J]. 石油钻探技术，2017，45(5)：1–7.
YANG Jin, LU Baoping. The challenges and key technologies of drilling in the cold water area of the Arctic[J]. Petroleum Drilling Techniques, 2017, 45(5): 1–7.

[8] GRIFFITH J E, TOTTEN P L, KING B L, et al. Well cementing methods and compositions for use in cold environments: US5571318[P]. 1996-11-05.

[9] 刘浩亚，赵卫，李燕，等. 负温早强水泥浆体系的室内实验 [J]. 石油钻采工艺，2019，41(3)：294–300.
LIU Haoya, ZHAO Wei, LI Yan, et al. Laboratory experiments on the egative-temperature, early-strength slurry system[J]. Oil Drilling & Production Technology, 2019, 41(3): 294–300.

[10] 徐梓竣，张邀丹，李志军，等. 冰单轴压缩强度试验的方法与设备 [J]. 水利科学与寒区工程，2018，1(5)：27–34.
XU Zijun, ZHANG Yaodan, LI Zhijun, et al. Method and equipment for uniaxial compresstive strength test of ice[J]. Hydro Science and Cold Zone Engineering, 2018, 1(5): 27–34.

[11] 刘浩亚，鲍洪志，赵卫. –18 ℃ 下冻土区负温水泥浆水化微观过程研究 [J]. 钻井液与完井液，2019，36(1)：77–81.
LIU Haoya, BAO Hongzhi, ZHAO Wei. Study on microscopic hydration process of a cold temperature cement slurry used in frozen areas at –18 ℃[J]. Drilling Fluid & Completion Fluid, 2019, 36(1): 77–81.

[12] 钱觉时，余金城，孙化强，等. 钙矾石的形成与作用 [J]. 硅酸盐学报，2017，45(11)：1569.
QIAN Jueshi, YU Jincheng, SUN Huaqiang, et al. Formation and function of ettringite in cement hydrates[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2017, 45(11): 1569.

[13] 徐玲琳，李楠，王培铭，等. 温度对铝酸盐水泥基三元体系早期水化的影响 [J]. 硅酸盐学报，2016，44(11)：1552–1557.
XU Linglin, LI Nan, WANG Peiming, et al. Temperature effect on early hydration of calcium aluminate cement based ternary blends[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2016, 44(11): 1552–1557.

[14] 张金山，姚燕，叶家元，等. 外加剂对钙矾石形貌的影响 [J]. 硅酸盐学报，2019，47(5)：602–609.
ZHANG Jinshan, YAO Yan, YE Jiayuan, et al. Influence of chemical admixtures on morphology of ettringite[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2019, 47(5): 602–609.

[15] 程小伟，刘开强，李早元，等. 油井水泥浆液–固态演变的结构与性能 [J]. 石油学报，2016，37(10)：1287–1292.
CHENG Xiaowei, LIU Kaiqiang, LI Zaooyuan, et al. Structure and properties of oil well cement slurry during liquid-solid transition[J]. Acta Petrolei Sinica, 2016, 37(10): 1287–1292.

[16] 胡晨光，王娟，白瑞英，等. 氯离子环境下钙矾石和水化硅酸钙体系铝配位分布 [J]. 功能材料，2018，49(2)：2146–2151.
HU Chenguang, WANG Juan, BAI Ruiying, et al. Distribution of aluminum coordination in ettringite and C–S–H gels system under chloride ions environment[J]. Journal of Functional Materials, 2018, 49(2): 2146–2151.

[17] 郝璟珂，宋远明，王志娟，等. AFm 阴离子类型对硫铝酸盐水泥水化产物钙矾石稳定性的影响 [J]. 硅酸盐学报，2019，47(11)：1554–1558.
HAO Jingke, SONG Yuanming, WANG Zhijuan, et al. Effect of AFm anion type on stability of ettringite generated from calcium sulphoaluminate cement hydration[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2019, 47(11): 1554–1558.

[18] 孙正宁，周健，慕儒，等. 新型超硫酸盐水泥水化硬化机理 [J]. 硅酸盐通报，2019，38(8)：2362–2368.
SUN Zhengning, ZHOU Jian, MU Ru, et al. Hydration and hardening mechanisms of newly developed supersulfated cement[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2019, 38(8): 2362–2368.

[编辑　令文学]