

УДК 550.8.014; <https://doi.org/10.37878/2708-0080/2024-4.10>

<https://orcid.org/0000-0002-1099-5617>

<https://orcid.org/0000-0002-1067-9163>

<https://orcid.org/0000-0002-8299-5632>

МЕТОД ПРОБОПОДГОТОВКИ ПЕСЧАНИКОВ – АНАЛОГОВ НЕФТЯНЫХ ПЛАСТОВ



А.Д. ШАБДИРОВА,
PhD, ассистент-профессор,
a.shabdirova@aogu.edu.kz



А.А. КОЖАГУЛОВА,
PhD, ассистент-профессор,
a.kozhagulova@aogu.edu.kz



Е.Р. САМЕНОВ,
научный сотрудник,
ernazar.samenov@aogu.edu.kz

НАО «АТЫРАУСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ НЕФТИ И ГАЗА ИМЕНИ САФИ УТЕБАЕВА»
Республика Казахстан, 060000, г. Атырау, ул. Баймуханова, 45а

В данной статье описываются проблемы, с которыми сталкиваются многие исследовательские проекты по хранению CO₂ в Казахстане из-за ограниченного количества и низкого качества образцов керн. Подчеркивается необходимость использования аналогов песчаника для обеспечения надежных и последовательных результатов испытаний, особенно при измерении деформации и прочности горных пород. В статье подробно описаны усилия по созданию синтетических образцов песчаника, которые максимально соответствуют оригинальным коллекторным песчаникам по размеру частиц, содержанию цемента, минеральному составу и пористости. Исследование показало, что метакаолин образует слабую цементную связь, и что каолин полностью превращается в метакаолин при 500°C, но не при 200°C. Кроме того, прочность образцов песчаника на сдвиг зависит от размера частиц, минералогии песка и содержания глины. Также представлены результаты трехосных испытаний как образцов породы-коллектора, так и их аналогов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: искусственный песчаник; аналог нефтяного пласта; трехосные испытания.

МҰНАЙ ҚАБАТТАРЫНЫҢ АНАЛОГЫ – ЖАСАНДЫ ҚҰМТАС ӨЗІРЛЕУДІҢ ЖАҢА ӘДІСІ

А.Д. ШАБДИРОВА, PhD, ассистент-профессор, АМГУ, a.shabdirova@aogu.edu.kz

А.А. КОЖАГУЛОВА, PhD, ассистент-профессор, АМГУ, a.kozhagulova@aogu.edu.kz

Е.Р. САМЕНОВ, АМГУ, ernazar.samenov@aogu.edu.kz

КЕАҚ СЭФИ ӨТЕБАЕВ АТЫНДАҒЫ АТЫРАУ МҰНАЙ-ГАЗ УНИВЕРСИТЕТИ
060000, Баймұханов көшесі 45/а, Атырау, Қазақстан

Бұл мақалада Қазақстандағы CO_2 сақтау зерттеу жобасы үшін құмтас үлгілерін жасау мәселелері қарастырылады. Құмтастың деформациясы мен беріктігін өлшеу кезінде сенімді және дәйекті сынақ нәтижелерін қамтамасыз ету үшін құмтас аналогтарын қолдану қажеттілігі көрсетіледі. Мақалада бастапқы мұнай қабаттарына ұқсас жасанды құмтас үлгілерін жасауға бағытталған жұмыстар сипатталады. Зерттеу нәтижелері көрсеткендей, метакаолин әлсіз цементтік байланыс түзеді және каолин $200^\circ C$ температурада емес, $500^\circ C$ температурада толық метакаолинге айналады. Сонымен қатар, құмтас үлгілерінің беріктігі бөлшектердің мөлшеріне, минералогиясына және саздың құрамына байланысты. Сондай-ақ, нақты құмтас үлгілерінің үш осьті сынақ нәтижелері талқыланады.

ТҮЙІН СӨЗДЕР: Жасанды құмтас; Мұнай қабаттарының аналогы; Үш осьті қысу.

ARTIFICIAL SANDSTONE PREPARATION METHOD

A.D. SHABDIROVA, PhD, assistant-professor, AOGU, a.shabdirova@aogu.edu.kz
A.A. KOZHAGULOVA, PhD, assistant-professor, AOGU, a.kozhagulova@aogu.edu.kz
E.R. SAMENOV, AOGU, ernazar.samenov@aogu.edu.kz

NJSC "SAFI UTEBAYEV ATYRAU UNIVERSITY OF OIL AND GAS",
45a, Baimukhanov str., Atyrau, 060000, Republic of Kazakhstan

This paper addresses the challenges faced in the CO_2 sequestration research project in Kazakhstan due to the limited availability and substandard quality of core samples. It underscores the necessity for using sandstone analogs to ensure reliable and consistent test outcomes, especially in measuring the rock's deformation and failure strength. The paper details the efforts made to create synthetic sandstone samples that closely resemble the original reservoir sandstones in particle size, cement content, mineral composition, and porosity. The study found that metakaolin forms a weak cement bond and that kaolin fully converts to metakaolin at $500^\circ C$, but not at $200^\circ C$. Additionally, the shear strength of sandstone samples depends on the particle size, mineralogy, and clay content. Furthermore, it explores the triaxial test responses of both the reservoir sand and the synthetic sandstone samples.

KEY WORDS: Artificial sanstone; Oil reservoir analog; Triaxial compression.

Введение. Песчаники-коллекторы месторождения Устюрт-Бузачинского осадочного бассейна приурочены к готеривского и барремского ярусов нижне-меловых отложений. Глубина месторождений может варьироваться от 200 м до 1500 м. Палеоклимат в готеривский период был теплым и влажным, седиментация происходила в дельтовых условиях осадконакопления, за которой следовала морская трансгрессия в барремский период и отложение мелководных морских отложений [1]. В результате таких климатических условий и условий осадконакопления коллектор состоит из мелкозернистого песчаника со слабым глинистым цементом [2]. Содержание глины в породе-коллекторе колеблется от менее 10% до 35%, коллекторские свойства ухудшаются с увеличением содержания глины.

Ввиду ограниченного количества и низкого качества имеющихся образцов керн для проведения экспериментов необходимы аналоги пород-коллекторов. Последовательный метод подготовки проб необходим для достижения повторяемых ре-

зультатов испытаний с точки зрения деформационных характеристик и прочности породы на разрушение. Различные методы подготовки синтетического песчаника были разработаны и описаны в литературе. Широко практикуется использование портландцемента и гипса в качестве связующего материала [3–5]. Другую серию технологий можно отнести к методу использования силикатов для связывания частиц песка. Цементация кварцевым стеклом была достигнута путем смешивания песка Оттавы с очень мелким порошком боросиликатного стекла пирекс, уплотнения при давлении 14 МПа и нагревания до 950°C [6]. В [7] смешали песок с раствором силиката натрия и продули смесь CO₂ в условиях стресса «на месте». Смесь мелкого песка Фонтенбло и щелочного силикагеля подвергалась воздействию высокого давления и температуры в [8]. Система осаждения кальцита на месте (CIPS) использовалась в нескольких работах [9,10], где раствор кальцита впрыскивается в образец песка, и в результате химических процессов внутри жидкокристаллического кальцита выпадает в осадок, покрывая зерна песка и образуя кальцитовые мостики при контакте частиц. Осаждение кальцита также может быть инициировано и опосредовано биологическими процессами. В нескольких исследованиях [11] для достижения связи частиц использовались алкалофильные микробы и раствор ионов кальцита. Этот метод известен как осаждение карбоната кальция, индуцированное микробами (MICP).

Метод цементации путем обжига песчано-глинистой смеси был впервые предложен Маккарини и др., 1987. Поведение при трехосных испытаниях синтетического песчаника, полученного путем обжига смеси песка Leighton Buzzard и каолиновой глины с массовым соотношением 87:13 при температуре 500°C в течение 5 часов было изучено в [12]. [13] расширили работу, изучив влияние температуры. В настоящей работе использовался тот же метод подготовки песчаника, но использовался другой песчаный материал, изучалось более высокое содержание глины и было обнаружено, что более высокая прочность образцов песчаника обусловлена образованием метакаолина при нагревании.

Материалы и методы исследования.

Песок для песчаников

Для изготовления образцов песчаника-аналога был использован песок, добытый попутно с нефтью с нефтяного месторождения, предположительно являющийся пластовым песком. Для удаления нефти из песка использовались толуол и ацетон. Распределение частиц по размерам песка измерялось тремя методами: лазерным дифракционным анализатором размера частиц Mastersizer 3000, анализатором динамических изображений Qicpic и сухим просеиванием (*рисунок 1*).

Из графика видно, что измерения находятся в достаточно хорошем согласии. Небольшие расхождения могут быть связаны с техникой измерения каждого инструмента. При методе сухого просеивания частица вибрирует до тех пор, пока не попадет на сетку с наименьшим размером. С другой стороны, в анализаторе Qicpic частицы падают из вибрационного питателя, расположенного на определенной высоте над высокоскоростной камерой, поэтому, когда они достигают уровня камеры, они имеют тенденцию иметь наименьший размер в горизонтальном направлении, обращенном к камере наибольшим размером. Таким образом, кривая Qicpic

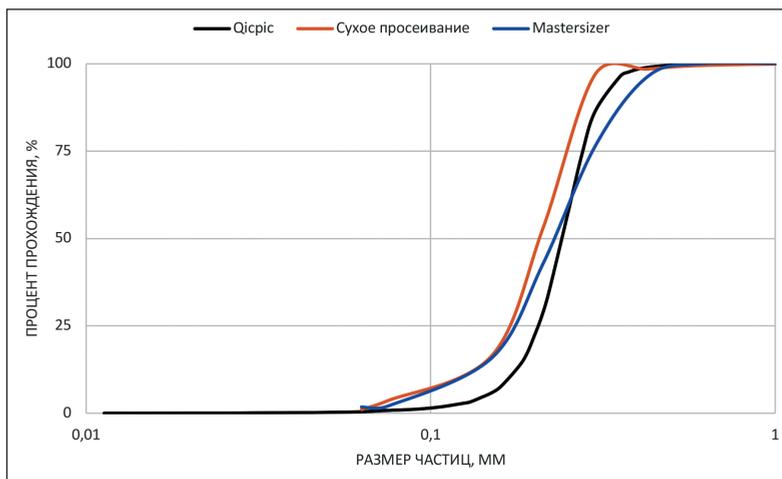


Рисунок 1 – Гранулометрический состав пластового песка

сдвинута вправо по сравнению с кривой сухого просеивания, показывая больший размер частиц при том же проценте прохождения. В Mastersizer 3000 падающий свет преломляется на частицах, а интенсивность рассеяния связана с размером частиц с помощью математических уравнений. Теория, лежащая в основе уравнений, предполагает, что частицы имеют сферическую форму и имеют один показатель преломления (ISO 13320), что может быть неверно для большинства натуральных материалов. По данным рентгеноструктурного анализа пластового песка, использованного в данной работе, он состоит в основном из кварца с небольшим количеством полевого шпата. Кроме того, ожидается, что более мелкие частицы будут более округлыми и сферическими, чем более крупные. Это может объяснить отклонение кривой PSD Mastersizer при более высоких размерах частиц. Это несоответствие кривых PSD следует учитывать при численном моделировании, где кривые PSD требуются в качестве входного параметра. Визуально по СЭМ-изображению фрагмента пластового песка можно подтвердить, что более крупные частицы более угловатые и вытянутые (рисунок 2).

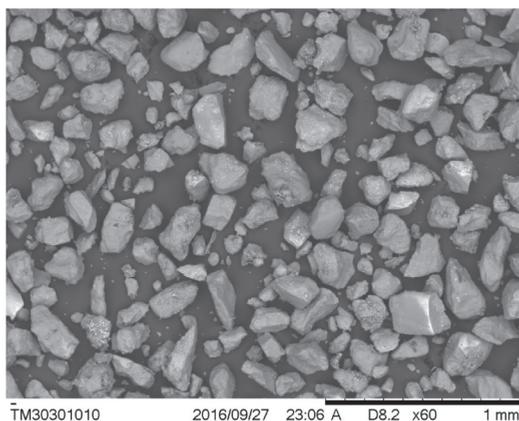


Рисунок 2 – СЭМ-изображение пластового песка

Анализ формы частиц также можно изучить в Qicpic. На *рисунке 3* показан совокупный процент сферичности частиц. Сферичность – это мера того, насколько форма частицы близка к сфере. Программное обеспечение измеряет площадь проекции частицы А и периметр Р по изображению частицы для расчета сферичности Ф [14]:

$$\Phi = \frac{2\sqrt{\pi A}}{P} \quad (1)$$

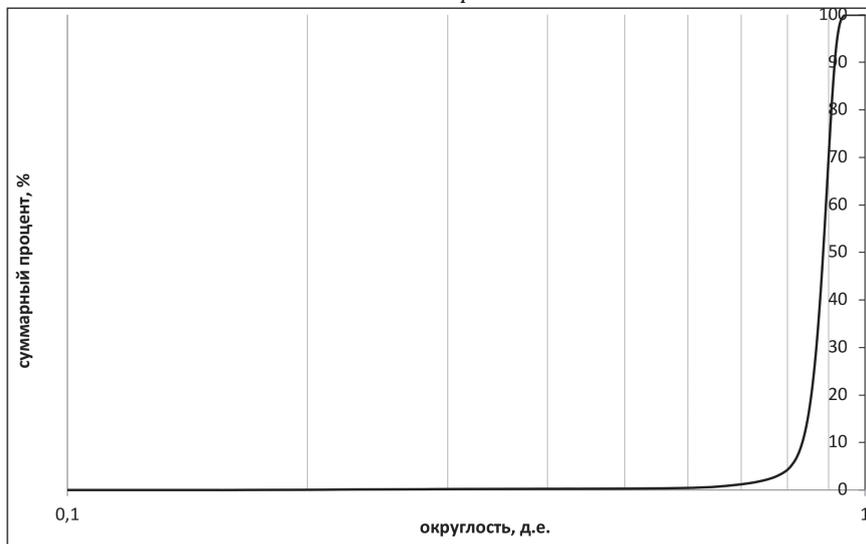


Рисунок 3 – Совокупный процент значений сферичности частиц песка пласта

Сферичность изменяется от 0 до 1, более высокие значения соответствуют более сферическим формам. Для образца пластового песка анализ показал, что 50% частиц имели сферичность Ф более 0,88 (*рисунк 3*).

Изготовление образцов

Метод подготовки проб обжига смеси глины и песка был впервые использован в [15]. Каолин Specestone (удельный вес = 2,61), кварцевый песок, обожженный и измельченный каолин смешивали в соотношении 13:30:57 соответственно. Обожженный и измельченный каолин использовался для обозначения более слабого выветрившегося полевого шпата в естественных почвах. Автор установил, что прочность сцепления глиняного цемента зависит от содержания глины, температуры и продолжительности обжига. По данным в [15], эндотермические реакции каолина происходят при температуре выше 500°C, и при этой температуре вероятно образование цементной связи. С другой стороны, [13] изучили влияние температуры обжига на пиковую прочность образцов на сдвиг. Смесь 13% каолина Speswhite и 87% песка Leighton Buzzard смешивали с водой, уплотняли в форме под давлением 177 кПа и обжигали при 200°C, 500°C и 950°C. Они обнаружили, что пиковая прочность на сдвиг для образцов при 200°C была выше, чем у необожженного образца, хотя разница была незначительной по сравнению с пиковой прочностью образцов при 500°C и 950°C. [12] изучили влияние структуры связей образцов. Цементированные образцы готовили при температуре 500°C, а деструктурированные образ-

цы готовили путем разрушения цементированных образцов. Недренированные трехосные испытания образцов проводились в диапазоне начальных эффективных напряжений от 25 кПа до 1000 кПа. Авторы обнаружили, что при низких эффективных напряжениях (25 – 60 кПа) цементированные образцы имели гораздо более высокое соотношение напряжений q/p' , чем деструктурированные образцы. Однако с увеличением эффективного напряжения разница в q/p' цементированных и деструктурированных образцов уменьшалась, что свидетельствует о том, что при высоких давлениях (900 – 1000 кПа) связи разрушались. Таким образом, прошлые исследования этого метода сообщают об очевидном образовании более прочной глинисто-цементной связи при 500°C, а также о некоторых изменениях в поведении при 200°C. Однако химические и микроструктурные изменения материала для этого метода не изучены. В данном исследовании микроструктурный и элементный анализ проводился на образцах, приготовленных с разным содержанием глины и при разной температуре. Программа пробоподготовки направлена на получение образцов с пористостью около 0,3 и различным содержанием глины – 20% и 30%. Глина, использованная для испытания, представляла собой белый каолин с удельным весом 2,61. Удельный вес пластового песка составил 2,65. Удельный вес песчано-глинистой смеси G_{smix} рассчитывали следующим образом:

$$G_{smix} = \frac{G_{ss}G_{scl}}{G_{ss}-\varphi(G_{ss}-G_{scl})} \quad (2)$$

здесь G_s – удельный вес полевого песка; G_{scl} – удельный вес глины; φ – содержание глины во фракциях. Разъемную форму диаметром 38 мм и высотой 76 мм изготовили путем покрытия внутренних стенок разъемной формы тонкой пластиковой пленкой. Сначала смешивали сухой песок и каолин, затем к смеси добавляли воду и влажную смесь перемешивали до получения однородного вещества. Форма заполнялась в несколько слоев. Образец оставляли в форме при комнатной температуре на 3 дня. После этого образец извлекали и помещали в печь для обжига. Образцы обжигали в течение 5 часов при 200°C и 500°C для изучения влияния температуры. Кроме того, два образца были обожжены при температуре 200°C в течение 8 часов для изучения влияния продолжительности обжига. В *таблице 1* приведены обозначения образцов, соответствующие содержанию глины, температуре и продолжительности обжига: нс – низкое содержание глины в 20 %; вс – высокое содержание глины в 30%; 200 и 500 – обжиг при 200°C и 500°C соответственно, в течение 5 часов; 200/8 и 500/8 – обжиг при температуре 200°C и 500°C соответственно в течение 8 часов.

Таблица 1 – Наименование образцов

	20% содержание глины	30% содержание глины
200°, 5 часов	нс200	вс200
200°, 8 часов	нс200/8	вс200/8
500°, 5 часов	нс500	вс500

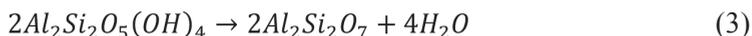
В *таблице 2* представлены начальная пористость образцов синтетического песчаника и соответствующие значения пористости в процентах (%). При том же содержании глины более высокая температура привела к увеличению пористости.

Таблица 2 – Содержание пустот и пористость образцов

Образцы	Содержание пустот	Пористость, %
нс200	0,492	33
нс200/8	0,472	32
нс500	0,549	35
вс200	0,433	30
вс200/8	0,455	31
вс500	0,521	34

СЭМ анализ песчаников-аналогов

Преобразование каолина при более низких температурах (100-900°C) хорошо описано и объяснено в литературе [16-19]. При нагревании каолин теряет решеточную воду (ОН) и переходит в обезвоженную фазу – метаколин:



Для образцов, обожженных при 200°C, общая потеря массы составила около 3%, а для образцов, обожженных при 500°C, – 17%. Теоретическая величина потери массы при полном превращении каолина составляет 14%. Таким образом, мы предполагаем, что при 200°C некоторые компоненты пластового песка выгорают (например, нерастворенная нефть), что приводит к потере массы 3%, но дегидратации каолина не происходит. С другой стороны, когда образцы подвергаются воздействию температуры 500°C, каолин превращается в метаколин, что приводит к дополнительной потере веса на 14%. Поэтому в микроструктуре образцов песчаника ожидалось обнаружить метаколин. Изображения, полученные с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) образцов с содержанием 20% глины, обожженных при 200°C и 500°C и проанализированных на двух разных микроскопах, представлены на *рисунке 4* и *рисунке 5*. Предполагается, что обилие мелких глинистых минералов на поверхности частиц песка (*рисунк 4*) и между частицами (*рисунк 5*) на верхних изображениях по сравнению с нижними указывает на лучшую цементацию для образца при 500°C.

Хотя изображения, полученные с помощью СЭМ, показывают очевидную структурную разницу между образцами песчаника с температурой 200°C и 500°C, они не могут указать на изменение состава материала. Поэтому методом энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) анализ глинистых минералов на поверхности частиц песка и в пространстве между частицами был изучен для идентификации элементов и их процентного соотношения. Методика заключается в выборе точки на поверхности или на контактах частиц с последующим пучком электронов в вы-

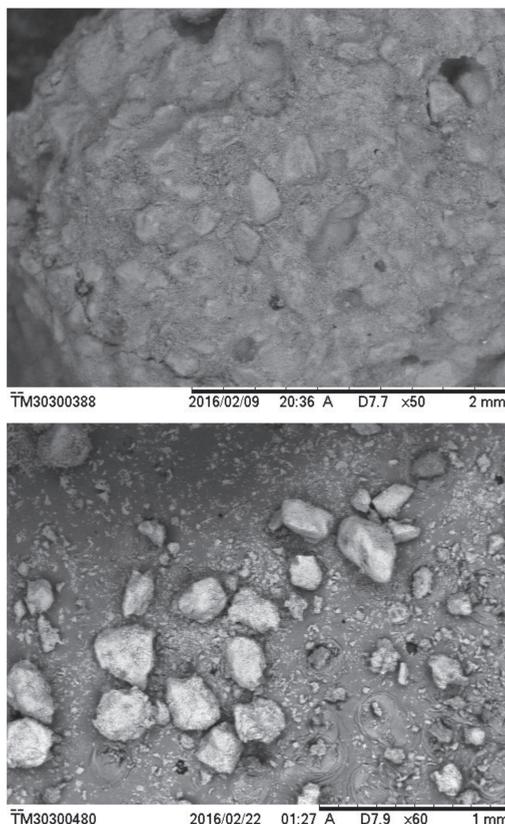


Таблица 5 – СЭМ-изображения образцов, обожженных при 500°C (вверху) и 200°C (внизу). ТМ3030

бранную точку, что позволяет провести локализованный элементный анализ точки. Поскольку в образцах присутствуют кварц, полевой шпат, каолин и метакаолин, можно ожидать различное процентное соотношение элементов. Тем не менее для образцов песчаника с температурой 500°C в основном наблюдалось соотношение Al:Si:O примерно 24:25:51, которым можно считать метакаолин $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ (рисунок 6). С другой стороны, элементный анализ глинистого минерала образца 200°C (рисунок 7) не выявил четких указаний на метакаолин.

Данные трехосных испытаний образцов песка и песчаника-аналога.

Сдвиговое поведение образцов пластового песка и песчаника было изучено методом дренированного трехосного испытания. Все образцы были испытаны при эффективном напряжении примерно 300 кПа. Приведены данные о напряженно-деформированном состоянии и изменении объема для плотного, плит, и рыхлого, рых, пластового песка (таблица 3), а также образцов песчаника, приготовленных с 20% и 30% содержанием глины и при 200°C и 500°C. на рисунке 8 и рисунке 9 соответственно.

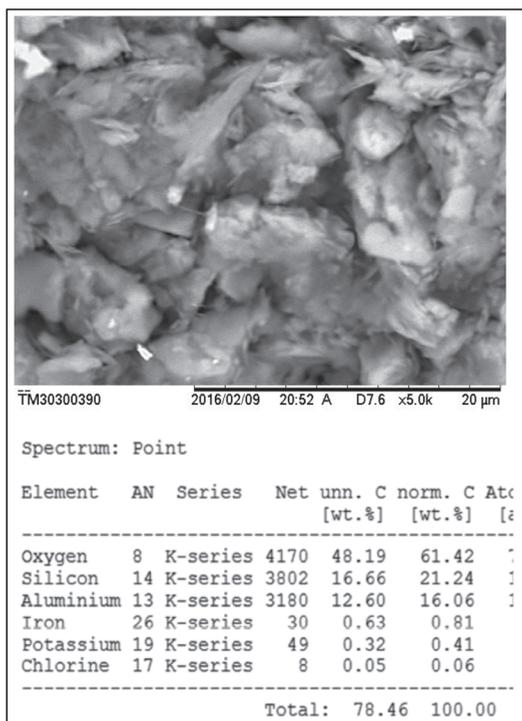


Таблица 6 – Результаты ЭДС для образца при 500°C



Таблица 7 – Результаты ЭДС для образца при 200°C

Таблица 3 – Содержание пустот и пористость песков

Образец	Содержание пустот	Пористость, %
плт	0,63	39
рых	0,79	44

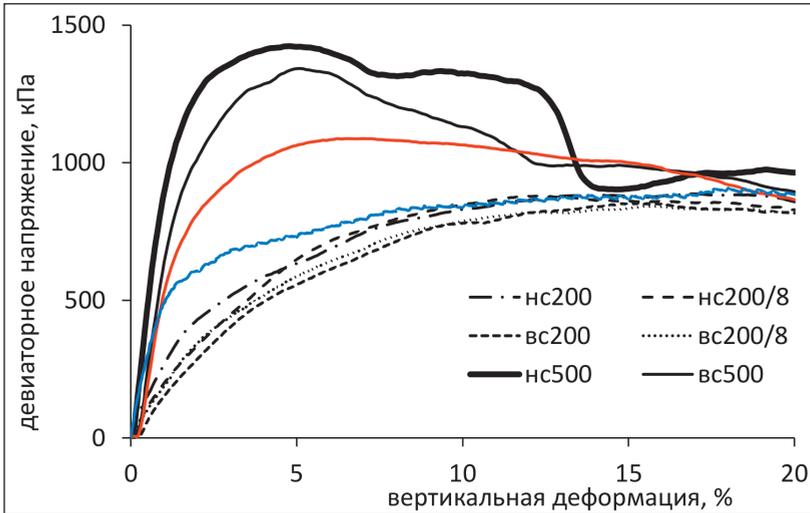


Рисунок 8 – Данные о напряженно-деформированном состоянии пластового песка

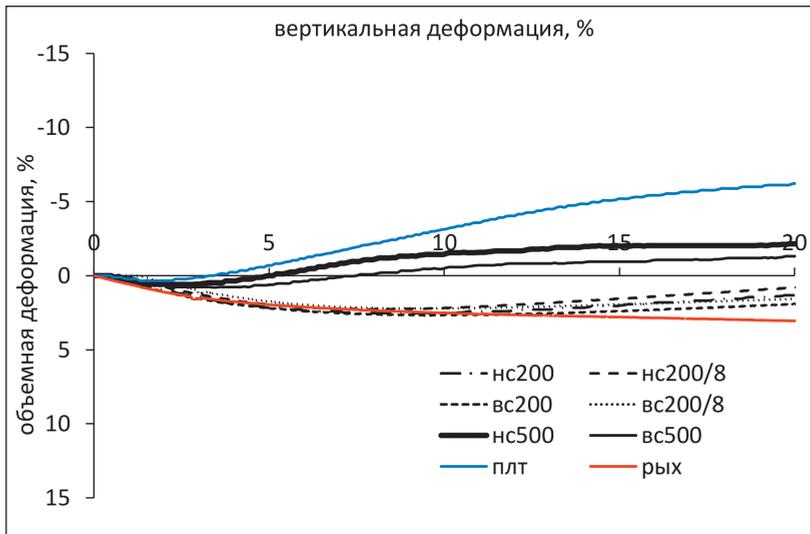


Рисунок 9 – Данные об изменении объема пластового песка

Образцы песчанника, обожженные при 500°C, достигли пикового девиаторного напряжения 1400 кПа при осевой деформации 5%, причем образец с низким содержанием глины показал более высокое пиковое напряжение, чем образец с высоким содержанием глины. Для образцов песчанника, обожженных при 200°C, пиковых

напряжений не наблюдалось. Независимо от содержания глины и продолжительности обжига образцы песчаника, обожженные при 200°C, имели схожее поведение, достигая максимального напряжения девиатора 880 кПа при осевой деформации 12% и дальнейшего сдвига при постоянном объеме и напряжении. Для образцов песчаника с продолжительностью обжига 5 и 8 часов разница в максимальном напряжении девиатора была незначительной. Максимальное девиаторное напряжение для образцов песчаника с низким содержанием глины было на 6% выше, чем для образцов песчаника с высоким содержанием глины. Образцы песчаника при температуре 500°C показали расширяющееся поведение, в то время как все образцы песчаника при 200°C и образец рыхлого пластового песка сжимались во время сдвига. Несмотря на то, что пиковая прочность на сдвиг плотного песка-коллектора была ниже, чем у образцов песчаника с температурой 500°C, и что песчаники были более плотными, плотный песок расширился больше, чем песчаники. Образцы песчаника при 200°C и образец рыхлого песка имели одинаковую пиковую прочность на сдвиг, хотя для рыхлого песка произошло большее сжатие, чем для песчаников при более высоких деформациях. Значения коэффициента напряжений q/p' для образцов песчаника, плотного и рыхлого пластового песка представлены на рис.10. Максимальный коэффициент напряжений для образцов песчаника с температурой 500°C и содержанием глины 20% и 30% составил 1,84 и 1,8 соответственно; в то время как рыхлый пластовый песок и образцы песчаника, нагретые до 200°C, имели одинаковое значение коэффициента напряжений в диапазоне 1,4-1,49. С другой стороны, для песка Leighton Buzzard с содержанием глины 13%, обожженного при 500°C, максимальный коэффициент напряжений составил 1,41 [12]. Это указывает на то, что пиковая прочность образцов песчаника на сдвиг зависит от минералогии и крупности используемого песка, а также содержания глины в смеси. Можно оценить, что все образцы достигли критического состояния примерно при одинаковом коэффициенте напряжений $M = 1,44$, а угол сопротивления сдвигу в критическом состоянии ϕ_{cs}' был равен 35,9° (рисунок 10).

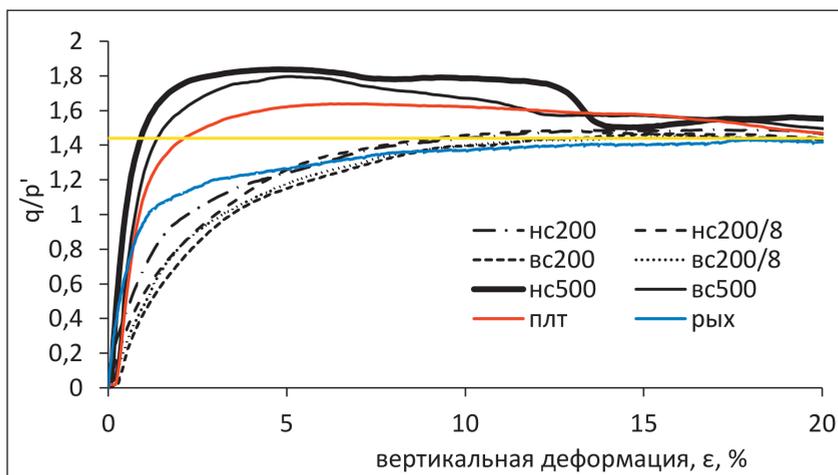


Рисунок 10 – Коэффициент напряжений для образцов пластового песка и песчаника

На *рисунке 11* данные для образцов пластового песка и песчаника показаны на плоскости коэффициента пустотности-осевой деформации. Образцы рыхлого и плотного пластового песка имеют примерно одинаковое значение коэффициента пустотности при осевой деформации 20%. Для образцов песчаника с содержанием глины 20% и различным временем обжига (нс200 и нс200/8) разница в значениях коэффициента пустотности уменьшается до нуля при более высоких деформациях, демонстрируя типичное поведение грунта с уникальным критическим состоянием. Однако для образцов песчаника с содержанием глины 30% и различной продолжительностью обжига (вс200 и вс200/8) кривые остаются параллельными, с заметной разницей в значениях коэффициента пустотности. Поскольку оказалось, что время обжига мало влияет на поведение образца, а температура недостаточно высока для создания метакаолиновых связей между зернами песка, считается, что образцы с 30% содержанием глины демонстрируют переходное поведение почвы [20], где для некоторых грунтов промежуточной категории между песком и глиной критическое состояние не является единственным, а зависит от начальной плотности.

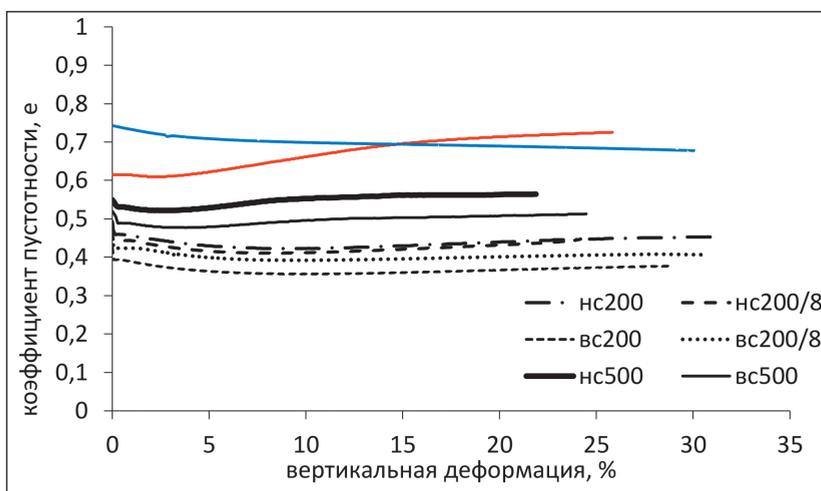


Рисунок 11 – Коэффициент пустотности образцов пластового песка и песчаника

На *рисунке 12* представлены образцы, подвергнутые трехосному сжатию, с различным содержанием глины. После трехосного сжатия образец с высоким содержанием глины деформировался в форме бочонка, что характерно для поведения песка. Поверхность образца показывает значительные изменения структуры. Образец с низким содержанием глины ведет себя как песчаник, при этом после трехосного сжатия образовалась сдвиговая зона (shearing band). Трещины на поверхности указывают на характерное разрушение материала под действием сжатия.

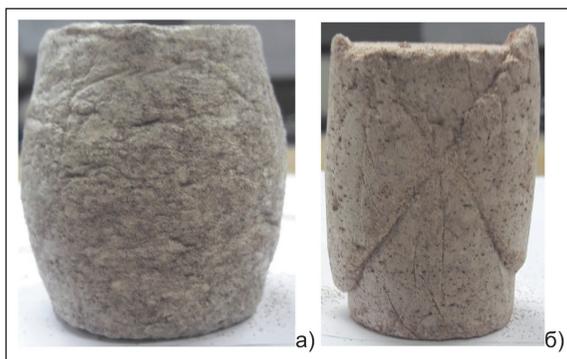


Рисунок 12 – Образцы после эксперимента: а) с высоким содержанием глины; б) с низким содержанием глины

Заключение и выводы. В статье описаны методы по созданию синтетических образцов песчаника, которые максимально соответствуют оригинальным коллекторам по размеру частиц, содержанию цемента, минеральному составу и пористости. Основные результаты выполненной работы можно резюмировать следующим образом:

1. Гранулометрический состав песчаного материала варьируется в зависимости от используемых методов измерения.
2. Метакаолин образует слабую цементную связь.
3. При температуре 500°C каолин полностью превращается в метакаолин, в то время как при 200°C метакаолин не наблюдается.
4. Прочность образцов песчаника на сдвиг зависит от размера частиц, минералогии песка и содержания глины.
5. Дегидратация каолина связана с повышенной пористостью образца песчаника. 🌐

Благодарности

Авторы выражают благодарность гранту МОН РК для молодых ученых ИРН AP19576974.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Ташлиев М.С., Товбина С.З. Палеогеография запада Средней Азии. – Алматы, 1992. – 250 с. [Tashliev M.S., Tovbina S.Z. Paleogeografiya zapada Srednej Azii. – Almaty, 1992. – 250 s.]
- 2 Worden R.H., Morad S. Clay Minerals in Sandstones: Controls on Formation, Distribution and Evolution, 2009. <https://doi.org/10.1002/9781444304336.ch1>.
- 3 Coop M.R., Atkinson J.H. Discussion: The mechanics of cemented carbonate sands// Géotechnique. – 1994. – № 44. – P. 533–537. <https://doi.org/10.1680/geot.1994.44.3.533>.
- 4 Nouri A., Vaziri H., Belhaj H., Islam R. Sand-Production Prediction: A New Set of Criteria for Modeling Based on Large-Scale Transient Experiments and Numerical Investigation // SPE J. – 2006. – № 11. – P. 26–29. <https://doi.org/10.2118/90273-PA>.
- 5 Silva S.R., Consoli N.C., Fonini A.V., Fonseca R.C. Parameters controlling stiffness and strength of artificially cemented soils // Géotechnique. – 2012. – № 62. – P. 177–183. <https://doi.org/10.1680/geot.8.P.084>.

- 6 Bernabé Y., Fryer D.T., Hayes J.A. The Effect of Cement on the Strength of Granular Rocks // *Geophysical Res. Lett.* – 1992. – № 19. – P. 1511–1514.
- 7 Holt R.M., Unander T.E., Kenter C.J. Constitutive mechanical behaviour of synthetic sandstone formed under stress, *Int. J. Rock Mech. Min // Sci. Geomech. Abstr.* 30. – 1993. – № 5. – P. 719–722. [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(93\)90013-4](https://doi.org/10.1016/0148-9062(93)90013-4).
- 8 Brok S., David C., Bernabé Y. Preparation of synthetic sandstones with variable cementation for studying the physical properties of granular rocks // *Comptes Rendus l'Académie Des Sci. - Ser. IIA - Earth Planet. Sci.* – 1997. – № 325. – P. 487–492. [https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/S1251-8050\(97\)89866-7](https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/S1251-8050(97)89866-7).
- 9 Ismail M., Joer H., Randolph M.F. Sample Preparation Technique for Artificially Cemented Soils // *Geotech. Test. J.* – 2000. – № 23. – P. 171–177. <https://doi.org/10.1520/GTJ11041J>.
- 10 Sherlock D., Siggins A. The development of synthetic CIPS sandstones for geophysical research, in: *SEG Int ' I Expo. 74th Annu. Meet.*, 2004.
- 11 Rong H., Qian C.X. Characterization of microbe cementitious materials, *Chinese Sci. Bull.* – 2012. – № 57. – P. 1333–1338. <https://doi.org/10.1007/s11434-012-5047-9>.
- 12 Ali Rahman Z., Toll D.G., Gallipoli D., Taha M.R. Micro-structure and engineering behavior of weakly bonded soil, *Sains Malaysiana.* – 2010. – №39. – P. 989–997.
- 13 Hezmi M.A., Wheeler S., Gallipoli D. On the preparation of artificially bonded soil samples for unsaturated testing, in: *4th Asia-Pacific Conf. Unsaturated Soils, 2009.* – P. 21–25.
- 14 Cavaretta I., O'Sullivan C., Coop M.R. Applying 2D shape analysis techniques to granular materials with 3D particle geometries, in: *Powders Grains, 6th Int. Conf. Micromechanics Granul. Media, 2009.* – P. 833–836.
- 15 Maccarini M. Laboratory studies for a weakly bonded artificial soil, 1987.
- 16 Schieltz N.C., Soliman M.R. Thermodynamics of the Various High Temperature Transformations of Kaolinite // *Clays Clay Miner.* – 1964. – № 13. – P. 419–428. <https://doi.org/10.1346/ccmn.1964.0130139>.
- 17 Mitra G.B., Bhattacharjee S., X-Ray Diffraction Studies on the Transformation of Kaolinite Into Metakaolin-1, *Am. Mineral // J. Earth Planet. Mater.* – 1969. – № 54. – P. 1409–1418.
- 18 Brindley G.W., Nakahira M. The Kaolinite-Mullite Reaction Series II, Metakaolin // *J. Am. Ceram. Soc.* – 1959. – № 42. – P. 314–318.
- 19 Bellotto M., Gualtieri A., Artioli G., Clark S.M. Kinetic study of the kaolinite-mullite reaction sequence. Part I: Kaolinite dehydroxylation // *Phys. Chem. Miner.* – 1995. – № 22. – P. 207–217. <https://doi.org/10.1007/BF00202253>.