

黄土水泥复合材料的孔隙结构演化与强度特征研究^{*}

Pore Structure Evolution and Strength Characteristics of Loess Cement Composites with Different Content

宋连喜¹, 王忠伟¹, 李鹏飞², 孙 强³

(1. 国家能源集团煤焦化有限责任公司, 内蒙古 乌海 016000; 2. 辽宁工程技术大学 矿业学院, 辽宁 阜新 123000; 3. 西安科技大学 煤炭绿色开采地质研究院, 陕西 西安 710054)

摘 要: 黄土作为一种孔隙结构发育的特殊土壤, 具有渗透性、湿陷性、崩解性等特性, 容易引发地面裂缝、地表的不均匀沉降等问题。通过氮气吸附、硬度测试和 SEM 等室内试验对不同掺量水泥黄土孔隙结构和强度特征进行研究。结果表明: 随着水泥掺量的逐渐增大, 黄土水泥复合材料总孔容逐渐降低, 水泥掺量为 25% 时总孔容较水泥掺量为 10% 时降低了 40%; 黄土水泥复合材料压痕硬度和强度与水泥掺量存在明显的正相关性, 通过 SEM 从微观角度直观分析得出黄土水泥复合材料是通过改变土体颗粒大小、形状、连接方式, 胶结物填充状态等来改变原土体的物理力学性质。研究可为黄土地区注浆材料的研发提供技术参考。

关键词: 水泥改良土; 氮气吸附; 扫描电镜; 孔隙结构; 土体强度

中图分类号: TU411 文献标志码: A 文章编号: 1005-8249 (2024) 04-0047-06

DOI:10.19860/j.cnki.issn1005-8249.2024.04.009

SONG Lianxi¹, WANG Zhongwei¹, LI Pengfei², SUN Qiang³

(1. National Energy Group Coal Coking Co., Ltd., Wuhai 016031, China; 2. College of Mining, Liaoning Technical University, Fuxin 123000, China; 3. Geological Research Institute for Coal Green Mining, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China)

Abstract: As a special soil with a well-developed pore structure, loess has characteristics such as permeability, collapsibility, and disintegration, which can easily lead to problems like ground fissures and uneven settlement of the surface. The pore structure and strength characteristics of loess with different dosage of cement were investigated by indoor tests such as nitrogen adsorption, hardness test and SEM. The results showed that the total pore volume of loess cement composites gradually decreased with the gradual increase of cement content, and the total pore volume decreased by 40% at 25% cement doping compared with that at 10% cement content; The indentation hardness and strength of loess cement composites have obvious positive correlation with the cement content, and the physical and mechanical properties of the original soil are changed by changing the size, shape, connection and cement filling state of the soil particles through SEM. The study can provide a technical reference for the research and development of grouting materials in loess areas.

Keywords: cement-amended soil; nitrogen adsorption; SEM; pore structure; soil strength

^{*} 基金项目: 国家自然科学基金 (41972288)。

作者简介: 宋连喜 (1966—), 男, 硕士, 高级工程师, 研究方向: 煤矿机电、自动化和智能化研究。

通信作者: 李鹏飞 (1995—), 男, 博士, 副教授, 研究方向: 工程地质、岩石力学和环境地质研究。

收稿日期: 2023-08-07

0 引言

黄土广泛分布于我国的黄土高原地区，黄土作为一种孔隙结构发育的特殊土壤，具有渗透性、湿陷性和崩解性等特性，这些特性容易导致地面裂缝和地表不均匀沉降等问题。注浆技术是解决黄土地区湿陷性沉降问题行之有效的技术措施。

目前国内外许多学者对土壤材料的复合处理进行了相关研究。Tremblay 等^[1]将不同类型固化剂掺进黄土中，分别考虑固化剂掺量、养护龄期、压实度和含水率等因素，对黄土进行直剪试验和渗透试验，研究掺加固化剂后黄土的强度特征；Ibraim 和 Consoli 等^[2-3]采用聚丙烯纤维作为增强材料掺入土壤，发现聚丙烯显微可显著改善土壤的力学性能；Consoli 等^[3]研究了聚丙烯纤维增强石灰性土的抗压强度，并分析了纤维含量、纤维长度、石灰含量和固化时间对抗压强度的影响。相关学者通过向土壤中加入高钙灰和脱硫石膏两种工业废料，研究土壤的改性特征，并测定了加固土壤后的渗透系数，探讨渗透试验条件下掺加工业废料对土壤渗透特性的影响规律^[4-6]。石灰粉煤灰、石灰水泥和水泥粉煤灰材料是对黄土进行改性的最基本材料，Lang、Yan 等^[7-8]利用不同配比的上述材料对黄土进行改性，进行击实特性、抗剪强度特性与崩解特性等相关试验研究，且提出了黄土改良的最佳方案；刘霜等^[9]在侧向无约束的条件下对比分析水泥及固化剂对改良黄土抗压强度的影响，研究表明改良土试样抗压强度随水泥含量及养护龄期的增大而增大；周志军等^[10]采用 4 种地基处理方式对湿陷性黄土地区公路地基进行处理，得出不同处理方法的改良效果和适用条件；江涛等^[11]以银西高铁路段为研究对象，探究了水泥改良黄土的抗冻特性；张鸿迪^[12]通过三轴压缩试验研究了复合材料改良湿陷性黄土抗剪强度的影响，研究表明不同掺量复合材料的改良黄土抗剪强度破坏符合摩尔-库仑破坏原则，且其黏聚力和内摩擦角随复合材料掺量增大而增大；王飞等^[13]通过压缩实验研究了压实度与干湿循环对黄土湿陷特性的影响，研究表明未经干湿循环的黄土湿陷性系数随压实度增大而减小，而经过干湿循环后黄土湿陷性系数随压实度增大而变大，且增加干湿循环

次数后黄土湿陷性系数会进一步增大；张玉等^[14]通过将石灰-粉煤灰材料掺入黄土中制成改良土，探究了改良土及压实土的力学特性。

在现有研究的基础上，将不同掺量水泥掺入黄土中配置黄土水泥复合注浆材料，通过氮气吸附、硬度测试和 SEM 试验分析黄土水泥复合材料的孔隙结构和强度，研究成果对注浆材料加固技术的应用具有重要的参考价值。

1 试样制备与试验流程

1.1 试样制备

试验用黄土取自于我国黄土高原，距地表 3 m 处的原状马兰黄土（称 Q3 黄土）。黄土的物理参数特征见表 1。

表 1 孔隙体积与孔隙占比				
Table 1 Pore volume and pore proportion				
含水量/%	干密度/（g/cm ³ ）	比重	液限/%	塑性极限/%
10.16	1.24	2.71	34.5	20.1

试样制备过程如下：

（1）将黄土放入烘箱中，在 110 ℃ 的温度下烘干 12 h，然后用橡胶锤将烘干后的黄土进行研磨处理，通过 2 mm 筛网去除杂质。

（2）原状黄土的含水率为 10%，因此，配置目标含水率为 10% 的黄土土样。根据目标含水量和目标密度，计算干燥黄土和蒸馏水的重量。用搅拌器搅拌黄土和水 10 min，密封在双层塑料袋中在 25 ℃ 中静置 24 h，使水均匀化，消除多余孔隙水压力对试验结果的影响。然后用常规液压千斤顶将土样压制成尺寸为 $\phi 50 \times 25$ mm 的圆饼状试样，共计 15 块，每个试样具有相同的体积、压实度和密度。

1.2 试验流程

将制备的 15 块黄土土样分为 5 组，采用系统抽样的随机方法，每组 3 块平行试样。其中 1 组未掺入水泥的黄土试样为基准组，剩余 4 组试样分别配置水泥掺量为 10%、15%、20%、25% 的黄土试样。5 组试样首先进行色度测试，再将试样放置烘箱内，以 105 ℃ 的温度烘干 12 h，取出后进行液氮吸附试验和压入硬度测试，分析水泥掺量对黄土内部孔隙结构和组成矿物成分的影响。液氮吸附试验所用试验设备型号为 JW-BK112W 型比表面积及孔径分析仪；将其余试样颗粒固化、打磨和抛光，进行扫描电镜

试验，设备类型为 JSM-7610F 扫描电镜；压入硬度测试的试验设备为 MYYJ-10 岩石压入硬度计，试验力为 10~20 kN。

2 试验分析

2.1 色度变化

采用 CIE-L*a*b* 颜色坐标系统对掺入水泥的黄土改性试样色度进行表征，并计算总颜色指标 ΔE^* ，对比掺加水泥前后颜色的变化。

$$\Delta E^* = [(L^* - L_0^*)^2 + (a^* - a_0^*)^2 + (b^* - b_0^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

式中： ΔE^* 为总色差； L^* 为颜色亮度分量； a^* 为颜色红-绿分量； b^* 为颜色黄-蓝分量； L_0^* 、 a_0^* 、 b_0^* 为未掺水泥时的各颜色分量。

从图 1 中可以看出， ΔE^* 和 L^* 随着水泥掺量的增大先增大后减小。当未掺水泥时， L^* 持续升高；水泥掺量为 10% 之后， ΔE^* 和 L^* 趋于平缓，并且有下降的趋势。试样的 a^* 分量和 b^* 分量随水泥掺量的升高整体呈现降低的趋势，水泥掺量为 25% 时达到最小值，是初始试样的 0.78 倍和 0.85 倍。颜色总量 ΔE^* 在试验范围内变化非常显著，添加了水泥的黄土试样颜色变化非常明显，尤其是在水泥掺量为 10% 时， L^* 值分量明显增大，而 a^* 、 b^* 值随着水泥掺量的升高分别从红色谱系、黄色谱系向绿色谱系、蓝色谱系转变，即亮度、红色和黄色分量随水泥掺量升高逐渐降低。

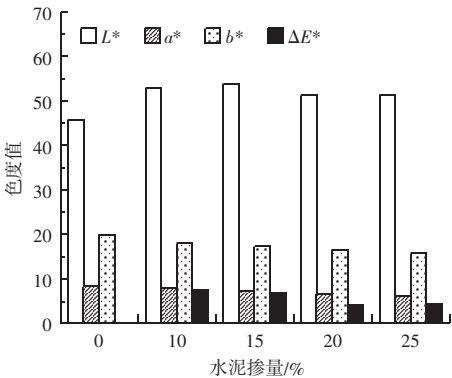


图 1 色度随水泥掺量变化关系
Fig. 1 Chroma varies with cement content

2.2 孔隙结构特征

通过孔径分析仪对不同水泥掺量的黄土改性试样进行氮气吸附试验，按照 IUPAC 标准，可以根据孔隙直径将孔隙结构分为 3 种：微孔 (<2 nm)、中

孔 (2~50 nm)、大孔 (>50 nm)^[15-16]。在图 2 中可以明显发现拐点，这表明孔隙种类发生了很大的变化。水泥掺量为 0~10% 的试样孔隙分布中，明显由单峰向双峰开始转变。说明 10% 水泥掺量对黄土改性试样孔隙结构造成很大的影响，孔径变化范围在 0.86~1.46、1.46~67.01 和 67.01~177.33 nm，孔隙体积变化范围为 0.034 5~0.064 5 cm³/g。孔隙结构主要以中孔为主。随着水泥掺量的不断增大，孔隙结构也发生明显的变化，尤其水泥掺量在 15%~20% 时，孔径变化在 1.02~3.97、3.97~54.13 和 54.13~99.3 nm。

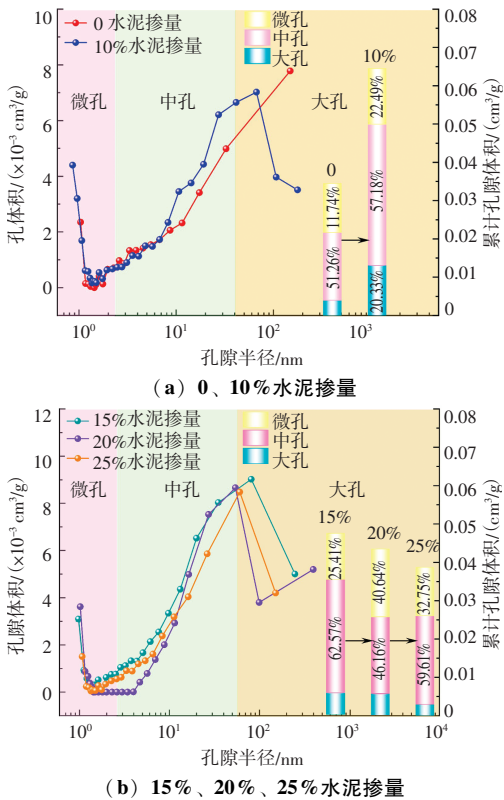


图 2 孔隙体积随孔隙半径变化关系

Fig. 2 The pore volume varies with the pore radius

按照孔径划分标准，根据微孔、中孔和大孔所占比例和试样的总孔隙体积，可计算出各种孔隙结构的孔隙体积，见表 2。

表 2 孔隙体积与孔隙占比

Table 2 Pore volume and pore proportion								
水泥掺量 /%	孔隙占比/%			孔隙体积 (×10 ⁻³ cm ³ /g)				总孔
	微孔	中孔	大孔	微孔	中孔	大孔		
0	11.73	51.26	37.01	4.05	17.69	12.77		34.51
10	20.33	57.18	22.49	13.11	36.87	14.50		64.48
15	12.01	62.57	25.41	7.12	37.08	15.06		59.26
20	13.21	46.16	40.64	5.74	20.06	17.66		43.46
25	7.65	59.61	32.75	2.96	23.08	12.68		38.72

岩土力学

随着水泥掺量的不断增大，黄土改性试样总孔容总体存在两种变化阶段；水泥掺量从 0~10% 的变化过程中，黄土改性试样总孔容呈逐渐增大的趋势，水泥掺量为 10% 时，总孔容达到 0.064 48 cm³/g，为未掺水泥时的 1.87 倍；随着水泥掺量的继续增大，黄土改性试样的总孔容显著降低，水泥掺量至 25% 时黄土总孔容降至最低，为 0.038 72 cm³/g。

2.3 分形维数变化特征

孔隙结构的复杂程度和孔隙间的连通性可以用分形特征来评价^[17-18]。基于气体吸附-解吸等温线计算固体分形维数的方法。本文采用 Frenkel-Hill

(FHH) 分形模型法处理黄土改性试样的氮气吸附数据，公式^[19-20]为：

$$\ln V = (D - 3) \ln (\ln (P_0/P)) + C \quad (2)$$

式中： P 为平衡压力； V 为平衡压力 P 对应的吸附体积； D 为孔隙结构的分形维数； C 为常数。

图 3 为不同水泥掺量后黄土改性试样孔隙结构的分形维数。试样以 $P/P_0 = 0.45$ 为分界线，将孔隙分为两种类型，即微孔孔隙和宏孔孔隙。宏孔孔隙结构的分形维数 D_1 明显大于微孔的分形维数 D_2 ，表明大孔径孔隙结构的复杂程度明显强于小孔径的孔隙结构。

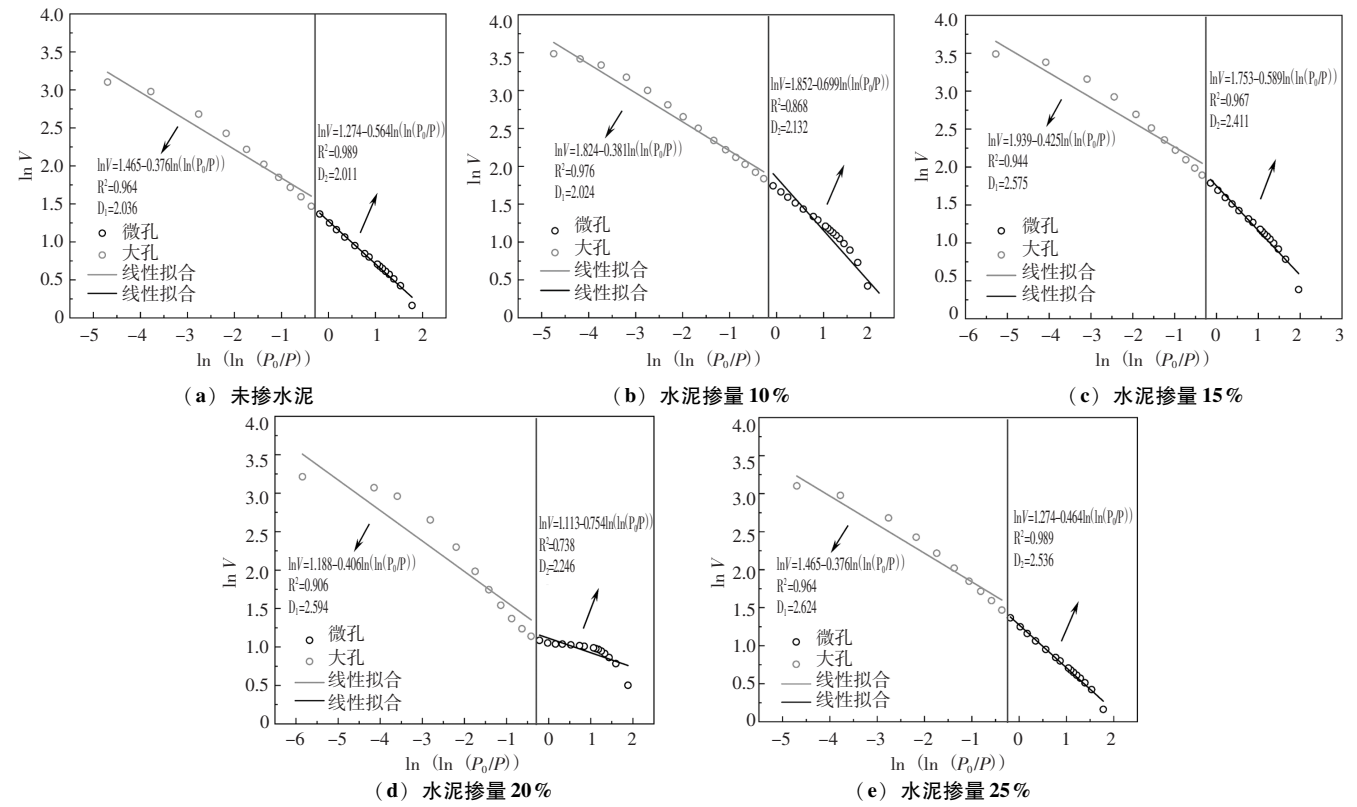


图 3 不同水泥掺量黄土孔隙结构的分形特征
Fig. 3 Fractal characteristics of pore structure of loess with different cement content

从图 4 可以看出，不同水泥掺量后黄土的分形维数均在 2.0~2.7 之间，大孔的分形维数随水泥掺量的升高先降低后升高，表明黄土改性试样在水泥掺量为 10% 时内部孔隙分布更加均匀，孔隙分布主要以大孔形式出现，整体孔隙结构的连通性也变得更好。而随着水泥掺量的增加，大孔的分形维数显著增大，孔隙间的连通性也逐渐变得复杂。微孔的分形维数随水泥掺量逐渐升高，水泥掺量为 25% 时达到最大值。说明黄土改性试样内部的小孔径孔隙结构随

着水泥掺量的增加变得越发复杂，连通性逐渐变差。

由图 5 中可以看到，原状黄土颗粒清晰，颗粒间基本不存在胶结物质，镶嵌的颗粒以点接触为主，孔洞十分明显（图 5 (a)）；随着水泥掺入，原有颗粒上清晰可见细小的粒状或絮状附着物（图 5 (c)），颗粒间孔隙较大程度地被破坏，原有孔隙被絮状物充填（图 5 (d)）；当水泥掺量较高时，胶结物明显增多，且层状叠加，颗粒之间以面接触为主（图 5 (e)），孔隙明显减少。

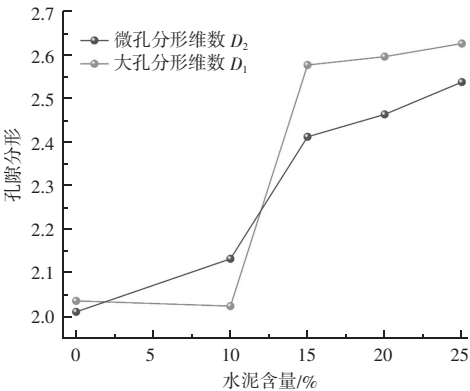


图 4 分形维数与水泥掺量的变化关系

Fig. 4 The relationship between fractal dimension and cement content

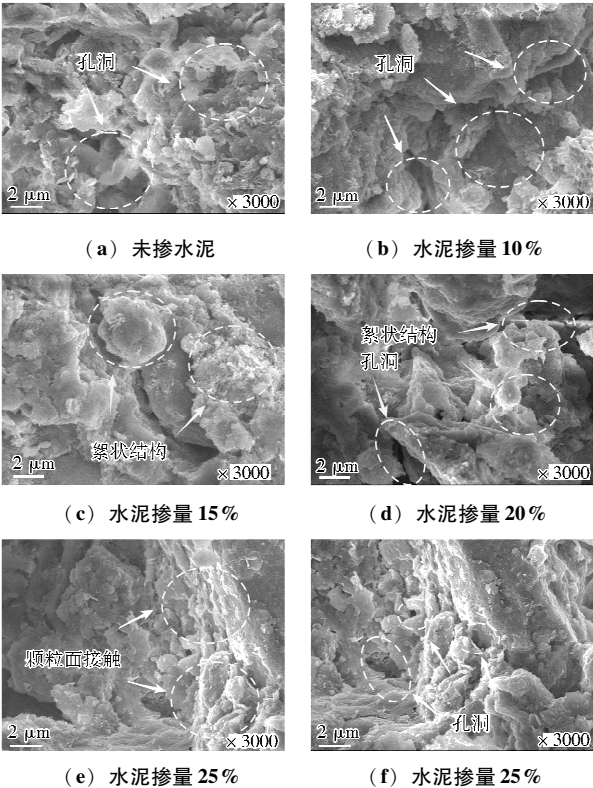


图 5 分形维数与水泥掺量的变化关系

Fig. 5 The relationship between fractal dimension and cement content

2.4 黄土水泥复合材料的强度测试

图 6 为载荷 - 位移变形曲线, 显示了压痕过程中试样的变形特征。在水泥掺量为 15% 之前, 曲线峰值强度发生缓慢的变化, 水泥掺量为 15% 时强度为 847.17 N, 是未掺水泥时的 5.72 倍; 随着水泥掺量逐渐增大, 曲线峰值强度显著升高, 水泥掺量为 20% 时强度为 1414.08 N, 较水泥掺量为 15% 时升高了 66.92%; 水泥掺量为 25% 时的强度是基准组的 8.96 倍。图 7 为不同水泥掺量的压痕硬度。

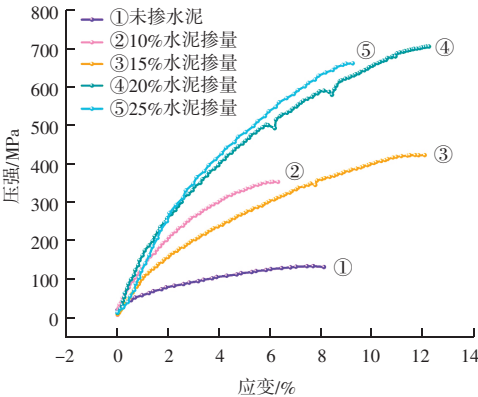


图 6 不同水泥掺量下黄土的硬度变化

Fig. 6 Changes of hardness of loess under different cement content

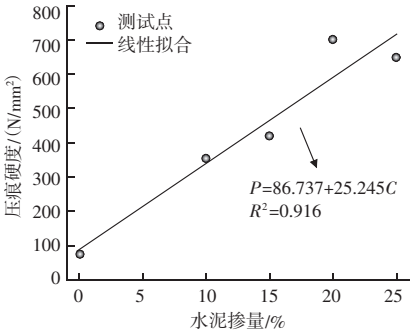


图 7 压痕硬度与水泥掺量的关系

Fig. 7 Relationship between indentation hardness and cement content

图 8 为水泥掺量对黄土内部空间影响的示意图。黄土中不掺水泥时, 黄土内存在一定孔隙结构与颗粒间的自由水; 当一定量水泥掺加进黄土内部时, 水泥充填进孔隙中; 随着水泥掺量不断增加, 水泥与黄土中的自由水发生水化反应, 形成水化产物水化硅酸钙 ($3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 胶体和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 晶体; 水化硅酸钙胶体附着在黄土颗粒表面并填充于颗粒间的孔隙之中, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 晶体不断地与空气中 CO_2 和水中 H_2CO_3 水解形成 CO_2 反应生成 CaCO_3 , 使

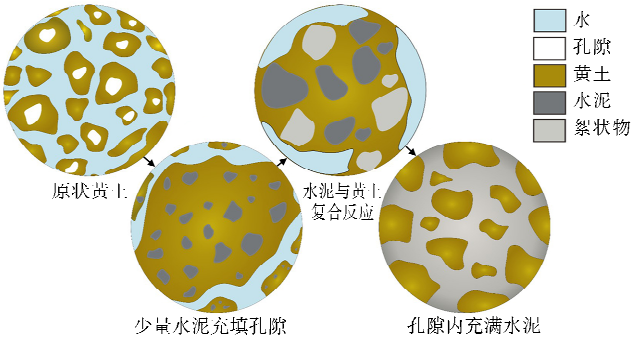


图 8 水泥掺入黄土示意图

Fig. 8 Cement incorporation of loess diagram

岩土力学

土颗粒胶结形成粗粒化作用, 增强土颗粒之间的连接强度, 改善土体性质, 从而使土体黏聚力和稳定性增大, 使土体强度增大。

3 结论

通过对不同掺量水泥的黄土水泥复合材料强度变化试验, 分析了黄土水泥复合材料孔隙结构和内部微观裂隙的发展过程, 主要得到以下结论:

(1) 掺入水泥后黄土微孔结构 ($r < 2 \text{ nm}$) 和大孔结构 ($r > 50 \text{ nm}$) 的分形特征变化显著, 且随着水泥掺量逐渐增大, 微孔结构分形维数均比大孔隙结构的分形维数小, 整体孔隙结构连通性变更差。

(2) 随着水泥掺量逐渐增大, 黄土水泥复合材料总孔隙体积逐渐降低, 水泥掺量为 25% 时黄土总孔容为 $0.0387 \text{ cm}^3/\text{g}$, 较水泥掺量为 10% 时降低了 40%。

(3) 土体压痕硬度和强度与水泥掺量存在明显的正相关性, 水泥掺量为 25% 时压痕硬度为 649.55 N/mm^2 , 是原状黄土硬度的 8.78 倍, 强度是原状黄土的 8.96 倍。

参 考 文 献

- [1] TREMBLAY H, DUCHESNE J, LOCAT J, et al. Influence of the nature of organic compounds on fine soil stabilization with cement [J]. Canadian geotechnical journal. 2022, 39: 535–546.
- [2] IBRAIM E, DIAMBRA A, RUSSELL A R, et al. Assessment of laboratory sample preparation for fibre reinforced sands [J]. Geotextiles and Geomembranes. 2012, 34: 69–79.
- [3] CONSOLI N C, VENDRUSCOLO M A, PRIETTO P D M. Behavior of plate load tests on soil layers improved with cement and fiber [J]. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering. 2003, 129: 96–101.
- [4] GU L, LV Q, WANG S, et al. Effect of sodium silicate on the properties of loess stabilized with alka-li-activated fly ash-based [J]. Construction and Building Materials. 2021, 280: 122515.
- [5] JIA L, LI C, GUO J. Mechanical properties of lime-fly ash-sulphate aluminum cement stabilized loess [J]. Journal of Renewable Materials. 2020, 8 (10): 1357–1373.
- [6] LI P, SUN Q, GENG J, et al. Radon exhalation from temperature

treated loess [J]. Science of The Total Environment. 2022, 832: 154925.

- [7] LANG L, CHEN B, PAN Y. Engineering properties evaluation of unfired sludge bricks solidified by cement-fly ash-lime admixed nano-SiO₂ under compaction forming technology [J]. Construction and Building Materials. 2020, 259, 119879.
- [8] YAN C, ZHANG Z, JING Y. Characteristics of strength and pore distribution of lime-flyash loess under freeze-thaw cycles and dry-wet cycles [J]. Arabian Journal of Geosciences. 2017, 10 (24): 1–10.
- [9] 刘霜, 吴仁悠, 张婧, 等. 水泥及 TX 型固化剂改良黄土强度的试验研究 [J]. 江苏建材, 2020 (5): 20–23.
- [10] 周志军, 杨荣尚, 任毅. 湿陷性黄土地区公路地基处理技术研究 [J]. 中外公路, 2007 (4): 191–196.
- [11] 江涛. 银西高铁甘宁段水泥改良黄土路基冻胀规律及冻胀防治效果评价 [J]. 铁道标准设计, 2021, 65 (9): 8–17.
- [12] 张鸿迪. 黄土地区高速铁路路基填料的改良试验研究 [D]. 兰州: 兰州交通大学, 2015.
- [13] 王飞, 李国玉, 穆彦虎, 等. 干湿循环作用下压实黄土湿陷特性试验研究 [J]. 冰川冻土, 2016, 38 (2): 416–423.
- [14] 张玉, 何晖, 曾志英, 等. 粉煤灰-石灰改良黄土与压实黄土强度特性对比分析 [J]. 科学技术与工程, 2021, 21 (8): 3265–3273.
- [15] 张睿, 宁正福, 杨峰, 等. 微观孔隙结构对页岩应力敏感影响的实验研究 [J]. 天然气地球科学, 2014, 25 (8): 1284–1289.
- [16] DATHE A, EINS S, NIEMEYER J, et al. The surface fractal dimension of the soil-pore interface as measured by image analysis [J]. Geoderma. 2001, 103 (1–2), 203–229.
- [17] 张吉民, 马振乾, 张东岳, 等. 基于分形维数的三轴压缩下泥质粉砂岩力学特性研究 [J]. 矿业研究与开发, 2023, 43 (6): 115–120.
- [18] 韩占闯, 刘黎萍, 孙立军. 基于分形维数及考虑假集料影响的冷再生混合料级配控制方法 [J]. 同济大学学报 (自然科学版), 2023, 51 (4): 588–597.
- [19] 蔡俊杰, 李希建, 谢洪高. 基于分形理论的上覆煤岩裂隙发育规律研究 [J]. 矿业研究与开发, 2023, 43 (1): 109–114.
- [20] SOKOŁOWSKA Z, SOKOŁOWSKI S. Influence of humic acid on surface fractal dimension of kaolin: analysis of mercury porosimetry and water vapour adsorption data [J]. Geoderma. 1999, 88 (3–4): 233–249.