

文章编号:0253-9993(2013)04-0595-05

适于弱胶结软岩的新型冻结孔封孔材料 性能及微结构研究

刘娟红¹,纪洪广¹,贺震平²,周晓敏¹

(1. 北京科技大学 金属矿山高效开采与安全教育部重点试验室,北京 100083;2. 内蒙古蒙格沁矿业有限公司,内蒙古 包头 017316)

摘要:我国西部地区的弱胶结软岩,岩石强度低,遇水泥化,当采用全深冻结时,冻结壁解冻后时常出现下部冻结管串水,导致工作面涌水和淹井的安全事故。针对这些问题,本文研究适于这种地层的新型冻结孔封孔材料的工作性、强度以及受冻后的抗渗性,并从受冻后的材料的孔结构和SEM形貌来探讨其机理。结果表明:新型冻结孔封孔材料具有很好的流动性,且流动度损失小,浆体的保水性好,无泌水;其3,28 d的抗折、抗压强度都明显高于普通水泥浆,且经受-30℃的低温受冻28 d后的强度损失小;新型冻结孔封孔材料受冻后,开始出现渗水的水压以及渗水范围扩大时的水压要比普通水泥浆封孔材料提高1~2 MPa。微观试验表明:新型封孔材料与普通水泥浆封孔材料相比,总孔隙面积降低、中值孔径减小、孔隙率降低,容重和表观密度增加,混凝土结构密实。

关键词:冻结孔;封孔材料;抗渗性;微结构

中图分类号:TD265.3 **文献标志码:**A

Study on performance and microstructure of new type sealing material suitable for freezing hole at weakly cemented soft rock

LIU Juan-hong¹,JI Hong-guang¹,HE Zhen-ping²,ZHOU Xiao-min¹

(1. State Key Lab of High-efficient Mining and Safety of Metal Mines, Ministry of Education, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China; 2. Inner Mongolia Menggeqin Coal Mine Co., Ltd., Baotou 017316, China)

Abstract: The weakly cemented soft rock in the western region of China has low strength and argillization. With a full deep freezing, at the lower part of the pipe, it often appears water coming from the top part of the pipe when the hole wall thaws, which is likely to result in hazards like gushing water in work place and flooding. Therefore, this study will investigate the material for new type freezing hole's sealing in terms of its workability, strength and impermeability after it is frozen in this type of stratum. The study looks into its mechanism from the aspects of pore structure after frozen and SEM morphology. The results indicate that new type freezing hole's sealing material has good fluidity, and low fluidity loss. Also, the new slurry is good in water retention, and no water separation, and after 3 days and 28 days, its flexural and compressive strength are obviously higher than that of ordinary cement slurry. Furthermore, withstanding -30℃ low temperature test for 28 days, its strength loss is small. After the new type freezing hole's sealing material is frozen, at the time of starting seepage and expanding the scope of seepage, the pressure of the seepage water is 1~2 MPa higher than that of ordinary cement slurry sealing material. In addition, the microstructure tests show that, compared with ordinary cement slurry sealing material, the new type of sealing material has several advantages such as the reductions of total pore area, median pore, and porosity, while with the bulk density and apparent density increasing, and the concrete structure becomes compact.

Key words: freezing hole; sealing materials; impermeability; microstructure

近年来,随着深层煤炭及各种矿体的开发,井筒深度不断加大,且我国资源开发的重点已经逐渐由内

地转向西部地区,由于白垩系、侏罗系等地层无明显的隔水层,为确保井筒安全顺利施工,不少井筒采用一次冻全深的方法,将冻结深度延长到井筒底部 10 m 左右,对表土层和基岩一起冻结^[1-4]。由于冻结管需穿过井底马头门等硐室,井筒到底后,冻结壁自然解冻,很有可能在冻结管壁后形成上、下串通的导水通道。大量涌水和泥砂可能通过冻结管与围岩间的环形空间涌入井底,严重时可能造成突水淹井事故。为防止突水淹井事故发生,应在冻结孔施工时采取一定措施,封堵冻结管与围岩间的环形空间。目前一般的设计是对所有深孔冻结管壁后充填水泥浆或缓凝水泥浆置换冻结孔泥浆^[5-8],认为这样在冻结壁解冻后对隔绝冻结管壁后上、下含水层串通有一定的效果。但我国鄂尔多斯等西部地区的含水地层,以富含孔隙水的白垩系砂岩层为主,且岩石强度低,遇水泥化^[9-12]。传统的水泥浆,水胶比大、强度低、保水性差、易泌水,围岩遇到注浆材料中泌出的大量水分后发生膨胀,围岩的强度大大降低。且水泥浆凝固后体

积要收缩 15% 左右,在 -35 °C 的环境下抗冻性和抗渗性差,使其过早失去防水能力,达不到隔绝冻结管壁后上、下含水层串通的效果。

因此,冻结孔封孔注浆材料在满足施工流动性的前提下,不但需要一定的强度,还需要良好的抗泌水、凝结时间可调、微膨胀、抗收缩、高抗冻和抗渗透性能、高耐久等特性。本文对适于弱胶结软岩的新型冻结孔封孔材料性能进行研究,并从微结构角度探讨其机理。

1 原材料和实验方法

1.1 原材料

水泥:北京金隅股份有限公司生产的 P. O42.5 水泥,其性能指标见表 1。

新型冻结孔封孔材料粉体:是由 P. O42.5 水泥、自制功能性复合胶凝材料以及自制复合外加剂组成。自制复合外加剂:可调节凝结时间,抵抗泌水,提高抗冻等性能。

表 1 水泥的主要性能

Table 1 The main properties of cement

标准稠度 用水量/%	凝结时间/min		细度/% (80 μm)	安定性 (雷式法)	抗压强度/MPa		抗折强度/MPa	
	初凝	终凝			3 d	28 d	3 d	28 d
27.8	180	320	2.8	合格	16.0	44.5	3.9	7.1

1.2 试验方法

净浆流动度的测定参照 GB/T8077-2000《混凝土外加剂匀质性试验方法》;强度的检测参照 GB/T 17671-1999《水泥胶砂强度检验方法(ISO 法)》,将封孔材料与水按规定的水胶比搅拌,装入三联试模,按标准方法测其各龄期的强度;为研究注浆材料在负温环境中强度的变化情况,试验还检测了封孔材料 28 d 标养后再放到 -30 °C 的低温箱中冻 28 d,然后再测其抗压强度与抗折强度。

为了模拟冻结壁解冻后封孔材料对隔绝冻结管壁后上、下含水层串通的情况。自制了抗渗试验试模,有内外两层钢管组成,在内层钢管及内外层钢管环形夹层内浇筑封孔材料。内层钢管直径 150 mm,高 500 mm,外层钢管直径 200 mm,高 530 mm。注浆的高度为 33 mm。然后安装在抗渗试验仪上进行加水压试验,试验模具如图 1 所示。

2 结果与讨论

2.1 新型冻结孔封孔材料的和易性与强度

普通水泥浆是由 PO42.5MPa 的水泥与水组成,



图 1 抗渗试验试模

Fig. 1 Mode of anti-permeability test

水灰比为 0.6 : 1;新型冻结孔封孔材料是由新型冻结孔封孔材料粉体与水组成,水胶比为 0.45 : 1。按上述比例分别拌合后测其流动度、凝结时间、强度等,结果见表 2。

由表 2 可以看出,新型冻结孔封孔材料与普通水泥浆的初始流动度基本相同,但 1 h 后的流动度损失小,且浆体的保水性好,无泌水。从强度方面来说,新型冻结孔封孔材料 3,28 d 的抗折、抗压强度都明显高于普通水泥浆;且经受 -30 °C 的低温受冻 28 d 后的强度比普通水泥浆的强度高得多,普通水泥浆封孔

表 2 普通水泥浆与新型冻结孔封孔材料和易性和强度

Table 2 Compared with the peaceability and strength of ordinary cement slurry and new type freezing hole's sealing materials

种类	流动度/mm		初凝时 间/min	泌水情况	抗折强度(标养)/MPa		抗压强度(标养)/MPa		28 标养后冻 28 d 强度/MPa	
	初始	1 h 后			3 d	28 d	3 d	28 d	抗折	抗压
普通水泥浆	195	170	372	0.5 h 后严重泌水	3.7	6.1	20.3	30.6	3.1	15.8
新型封孔材料	200	185	402	无泌水	3.9	7.0	23.4	37.3	6.1	28.7

材料受冻后的强度损失达 48.4%，而新型冻结孔封孔材料受冻后的强度损失为 23.1%。

2.2 新型冻结孔封孔材料孔结构分析

孔结构是混凝土微观结构的重要组成部分,混凝土中的总孔隙率及各种孔径的分布结构对混凝土的宏观结构影响极大,其中孔的分布结构影响尤为显著。孔径为小于 20 nm 为无害孔,20 ~ 50 nm 为少害孔,增加 50 nm 以下孔,减少 50 nm 以上特别是 100 nm 以上的孔,对混凝土的性能,可以大为改善^[13]。为研究封孔材料在负温环境中材料孔结构的变化情况,试验检测了这两种封孔材料受冻后的孔隙率(28 标养后再放到-30 °C 的低温箱中冻 28 d)。孔结构试验结果见表 3、图 2。

表 3 冻结孔封孔材料压汞试验数据

Table 3 The test data of mercury injection for freezing hole's sealing materials

类型	普通水泥浆 封孔材料	新型封 孔材料
总进汞量/(mL·g ⁻¹)	0.220 5	0.201 4
总孔面积/(m ² ·g ⁻¹)	19.995	11.385
平均孔径(4V/A)/nm	70.8	46.7
最可几孔/nm	47.1	25.1
松散密度/(g·mL ⁻¹)	1.298 8	1.346 4
表观密度/(g·mL ⁻¹)	1.819 9	1.847 5
孔隙率/%	29.3	17.1

由表 4 可知,新型封孔材料与普通水泥浆封孔材料相比,总孔隙面积降低、中值孔径减小、孔隙率降低,容重和表观密度增加,混凝土结构的密实度增加。从图 2(b),3 中可知,新型封孔材料在低压力下,检测出的大孔量非常小,经压汞仪的压力提高或后检测出一定量的微小的孔,平均孔径为 47 nm 左右,比普通水泥浆封孔材料降低 23 nm 左右;新型封孔材料总孔隙率 17.1%,比普通水泥浆封孔材料降低 12.2%;新型封孔材料总孔隙面积为 11.385 m²/g,比普通水泥浆封孔材料降低 8.5 m²/g 左右。

新型封孔材料孔所占的体积及面积都很小,孔的

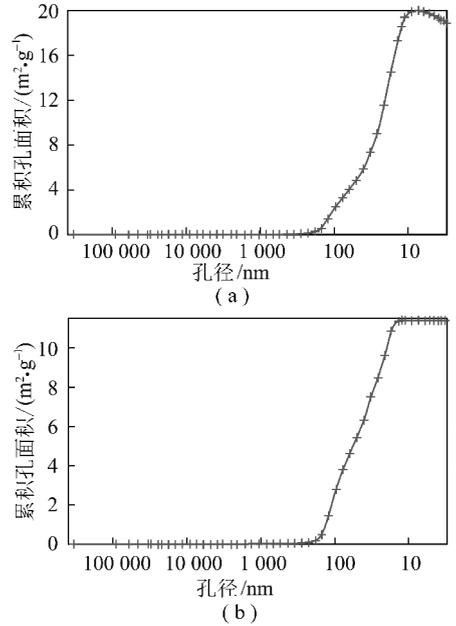


图 2 封孔材料孔径分布

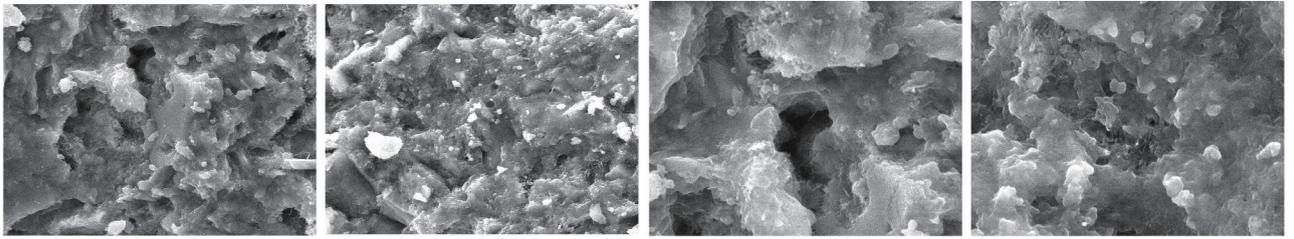
Fig. 2 Pore size distribution of hole sealing materials

结构主要以微小孔为主,在混凝土中属于无害孔。这些数据表明新型封孔材料掺入自制功能性复合胶凝材料以及自制复合外加剂组后,使其水化后结构致密,孔结构优良,产生很低的孔隙率,具有很好的渗透、抗冻等性能。

2.3 扫描电镜形貌分析

为研究封孔材料经负温后材料的微观形貌,试验对这两种封孔材料受冻后的形貌进行了观察和分析(28 标养后再放到-30 °C 的低温箱中冻 28 d)。扫描电镜试验结果如图 3 所示。

由图 3 可以看出,普通水泥浆封孔材料与新型冻结孔封孔材料的微观结构形貌和水化产物有着很大的差异。首先,同样放大倍数下图 3(a)与 3(b)在微观结构密实度方面有较大的不同,新型冻结孔封孔材料硬化体的密实度明显提高。其次,在 10 000 倍的电镜下可以看出,普通水泥浆硬化体中疏松的纤维状的 I 型和网络状的 II 型 C-S-H 凝胶虽然相对较少,大量的不规则扁平状 III 型 C-S-H 凝胶,但可以很



(a) 普通水泥浆封孔材料(5 000倍) (b) 新型冻结孔封孔材料(5 000倍) (c) 普通水泥浆封孔材料(10 000倍) (d) 新型冻结孔封孔材料(20 000倍)

图 3 冻结孔封孔材料在扫描电镜下的形貌

Fig. 3 The shape of freezing hole's sealing materials in scanning electron

清楚的看见混凝土结构内部的孔隙和孔洞,孔洞中几乎没有网状的 C-S-H 凝胶体。新型冻结孔封孔材料在 20 000 倍的电镜下,结构非常密实,水化产物以等粒子状的 C-S-H 凝胶为主,在微小的孔洞中可以看到网状的 C-S-H 凝胶和细棒状钙矾石,并与周围的大片等粒子状的 C-S-H 凝胶交融在一起,形成了很密实的结构,有效填充和阻塞了水泥石中的孔隙,从而使得混凝土的总孔隙率降低,孔径变小,结构变得密实,使得新型冻结孔封孔材料无论从强度还是耐久性方面都有了根本性的提高。

2.4 新型冻结孔封孔材料在负温下受冻后的抗渗性
将普通水泥浆、新型冻结孔封孔材料按 1.2 节所

述的试验方法,浇筑到图 1 的自制试模内。按以下 3 种方式进行冻融循环。第 1 种方式:浇筑 14 d 后放入 $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中,每天冻 12 h,然后关闭低温箱,每天一个循环,经 14 个循环后测抗渗性;第 2 种方式:浇筑 14 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d 后测抗渗性;第 3 种方式:浇筑 28 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d 后测抗渗性。抗渗性测定方法:将自制的抗渗试模固定在混凝土抗渗试验仪上,注浆未端朝下,与抗渗试验仪相连;将水压直接加到 1.1 MPa;当水压达到 1.1 MPa 以上时,每增加 0.1 MPa 后,保持 5 min,测其开始渗水时的水压值以及渗水范围扩大时的水压值,试验结果见表 4。

表 4 冻结孔封孔材料浇筑受冻后的抗渗性

Table 4 Anti-permeability of freezing hole's sealing materials after pouring and freezing

种类	浇筑 14 d 后放入 $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d		浇筑 14 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d		浇筑 28 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d	
	开始渗水时的水压/MPa	渗水范围扩大时的水压/MPa	开始渗水时的水压/MPa	渗水范围扩大时的水压/MPa	开始渗水时的水压/MPa	渗水范围扩大时的水压/MPa
普通水泥浆	0.56	0.76	0.12	0.14	1.43	1.48
新型封孔材料	2.50	2.80	0.68	1.10	2.16	2.40

在以上 3 种试验条件下,新型冻结孔封孔材料开始出现渗水的水压以及渗水范围扩大时的水压要比普通水泥浆封孔材料提高 1~2 MPa;浇筑 14 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d 后的抗渗性最差,主要原因可能是受冻时龄期相对较短、受冻温度较低、受冻时间与第 1 种方式;浇筑 28 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d 后的抗渗性,与浇筑 14 d 后放入 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温箱中冻 14 d 相比,由于受冻前的龄期较长,开始出现渗水的水压以及大量出现渗水的水压都较大。

2.5 现场试验

2011 年 7 月,该材料在梅林庙矿井进行现场试验。按建设方要求,首先对 4 个钻孔用该封孔材料封闭止水。在注浆后并取样进行检测(取样放置在空

桶内并做了密封),4 h 左右达到初凝状态,不泌水,24 h 后封孔材料强度达到施工方规定要求。

根据规范在 72 h 后进行了打压检验封闭情况,各钻孔封闭止水效果及评价见表 5。

3 结 论

(1) 新型冻结孔封孔材料具有很好的流动性,且流动度损失小,浆体的保水性好,无泌水。

(2) 新型冻结孔封孔材料 3,28 d 的抗折、抗压强度都明显高于普通水泥浆;且经受 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的低温受冻 28 d 后的强度损失小。

(3) 新型冻结孔封孔材料受冻后,开始出现渗水的水压以及渗水范围扩大时的水压要比普通水泥浆封孔材料提高 1~2 MPa。

表5 钻孔封闭止水效果及评价

Table 5 The evaluation and effect of borehole closure sealing

孔号	止水深度/m	套管/mm	封闭止水检查结果	评级
S1	806.30	127	打压5 MPa,连续观测30 min,水压下降0.03 MPa	甲
S2	788.58	127	打压5 MPa,连续观测30 min,水压下降0.04 MPa	甲
S3	726.15	127	打压5 MPa,连续观测30 min,水压下降0.05 MPa	甲
S4	720.05	127	打压5 MPa,连续观测30 min,水压下降0.04 MPa	甲

(4)新型封孔材料与普通水泥浆封孔材料相比,总孔隙面积降低、中值孔径减小、孔隙率降低,容重和表观密度增加,混凝土结构的密实度增加。

(5)梅林庙矿井现场试验结果表明这种新型封孔材料封孔效果优异,评价等级甲等。

参考文献:

[1] 张驰,杨维好,杨志江,等.深厚含水基岩区立井外壁冻结压力的实测与分析[J].煤炭学报,2012,37(1):33-38.
Zhang Chi, Yang Weihao, Yang Zhijiang, et al. In-situ measurement and analysis of freezing pressure of outer shaft lining in deep aqueous bed rock[J]. Journal of China Coal Society, 2012, 37(1): 33-38.

[2] 姚直书,程桦,荣传新.西部地区深基岩冻结井筒井壁结构设计与优化[J].煤炭学报,2010,35(5):760-764.
Yao Zhishu, Cheng Hua, Rong Chuanxin. Shaft structural design and optimization of deep freezing bedrock shaft in west area[J]. Journal of China Coal Society, 2010, 35(5): 760-764.

[3] 周晓敏,贺震平,纪洪广.高水压下基岩冻结壁设计方法[J].煤炭学报,2011,36(12):2121-2126.
Zhou Xiaomin, He Zhenping, Ji Hongguang. Design method of freezing rock wall under high water pressure[J]. Journal of China Coal Society, 2011, 36(12): 2121-2126.

[4] 王涛,岳丰田,姜耀东,等.井筒冻结壁强制解冻技术的研究与实践[J].煤炭学报,2010,35(6):918-922.
Wang Tao, Yue Fengtian, Jiang Yaodong, et al. Research and practice on forced thaw technology applied to frozen wall of mine shaft[J]. Journal of China Coal Society, 2010, 35(6): 918-922.

[5] 程志彬,吴晓山.缓凝水泥浆置换冻结孔泥浆封水技术[J].建井技术,2010,31(6):28-30.
Cheng Zhibin, Wu Xiaoshan. Seal water technology of slow slurry replacement of frozen mud holes[J]. Mine Construction Technology, 2010, 31(6): 28-30.

[6] 赵嘉亮,郭永东.用缓凝水泥浆置换冻结孔内粘土浆的研究与应用[J].建井技术,2007,28(6):33-35.
Zhao Jialiang, Guo Yongdong. Research and application of slow slur-

ry replacement of frozen clay pulp hole[J]. Mine Construction Technology, 2007, 28(6): 33-35.

[7] 王宗金,张亚光,朱宗民.冻结管壁后充填及冻结管封堵处理[J].西部探矿工程,2000,12(6):50-51.
Wang Zongjin, Zhang Yaguang, Zhu Zongmin. Dealing with filling after frozen wall and frozen tube sealing[J]. West-China Exploration Engineering, 2000, 12(6): 50-51.

[8] 陈振国,徐润,高岗荣.钻井废弃泥浆用作注浆材料的研究[J].煤炭学报,2011,36(1):49-53.
Chen Zhenguo, Xu Run, Gao Gangrong. Research on waste drilling mud being used in grouting[J]. Journal of China Coal Society, 2011, 36(1): 49-53.

[9] 何满潮,周莉,李德建,等.深井泥岩吸水特性试验研究[J].岩石力学与工程学报,2008,27(6):1113-1120.
He Manchao, Zhou Li, Li Dejian, et al. Experimental research on hydrophilic characteristics of mudstone in deep well[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2008, 27(6): 1113-1120.

[10] 杨春和,冒海军,王学潮,等.板岩遇水软化的微观结构及力学特性研究[J].岩土力学,2006,27(12):2090-2098.
Yang Chunhe, Mao Haijun, Wang Xuechao, et al. Study on variation of microstructure and mechanical properties of water-weakening slates[J]. Rock and Soil Mechanics, 2006, 27(12): 2090-2098.

[11] 黄宏伟,车平.泥岩遇水软化微观机理研究[J].同济大学学报(自然科学版),2007,35(7):866-870.
Huang Hongwei, Che Ping. Research on micro-mechanism of softening and argillitization of mudstone[J]. Journal of Tongji University (Natural Science), 2007, 35(7): 866-870.

[12] 钱自卫,姜振泉,孙强,等.深部煤系软岩遇水崩解的宏观特征及微观机理研究[J].高校地质学报,2011,17(4):605-610.
Qian Ziwei, Jiang Zhenquan, Sun Qiang, et al. Research on macro features and micro-mechanism of deep coal soft rocks degradation in water[J]. Geological Journal of China Universities, 2011, 17(4): 605-610.

[13] 吴中伟,廉慧珍.高性能混凝土[M].北京:中国铁道出版社,1999:120-189.