

文章编号: 1000-7598-(2008) 06-1629-05

加气硅化黄土的微结构研究

尹亚雄¹, 王生新^{1,2}, 韩文峰^{1,3}, 谌文武^{1,2}

(1. 兰州大学 土木工程与力学学院, 兰州 730000; 2. 兰州大学 西部灾害与环境力学教育部重点实验室, 兰州 730000;
3. 天津城市建设学院 土木工程系, 天津 300381)

摘 要: 采用扫描电镜、数字图像方法和表面积孔隙分析仪研究了天然黄土和固化龄期 13, 19, 24 a 加气硅化黄土的微结构和孔隙特征。结果表明: 天然黄土和加气硅化黄土的微结构均以粒状架空结构为主; 加气硅化黄土架空孔隙内充填有少量凝胶; 这些凝胶附着在骨架颗粒表面, 增大了颗粒间的接触面积。与天然黄土相比, 硅化黄土孔径分布基本无变化, 平均孔径、面积比和孔隙体积没有降低, 但孔隙表面积从 17.810 4 m²/g 增加到 27.473 5 m²/g。加气硅化黄土的机制是保持黄土架空孔隙基本不变, 通过凝胶薄膜强化了黄土微结构中胶结物的强度, 将骨架颗粒黏结成为一个空间网状整体, 消除了黄土的湿陷性, 并提高了其工程力学性能。

关 键 词: 加气硅化黄土; 微结构; 扫描电镜; 数字图像方法; 表面积孔隙分析

中图分类号: TU 441

文献标识码: A

Study on microstructure of CO₂-silicification grouted loess

YIN Ya-xiong¹, WANG Sheng-xin^{1,2}, HAN Wen-feng^{1,3}, CHEN Wen-wu^{1,2}

(1. School of Civil Engineering and mechanics, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China;
2. Key Laboratory of Mechanics on Western Disaster and Environment, Ministry of Education, Lanzhou 730000, China;
3. Department of Civil Engineering, Tianjin College of Urban Construction, Tianjin 300381, China)

Abstract: The microstructure and pore characteristics of natural loess and CO₂-silicification loess are qualitatively and quantitatively studied based on the test results from scanning electron microscope and digital image analysis and accelerated surface area-porosimetry system. The silicified loess samples have been curing for 13 years, 19 years and 24 years respectively. It is found that the main structure type of CO₂-silicification remains the same as that for the natural loess. the silicate gel and calcium(magnesium) silicate gel have only filled in the pores and adsorbed the surface of frame grains resulting in increase of contact area of frame particle. Being compared with natural loess, CO₂-silicification loess isn't reduced in pore size distribution and average pore diameter and area porosity and pore volume; the pore surface area of CO₂-silicification loess has been increased from 17.8104 m²/g to 27.4735 m²/g. CO₂-silicification loess mechanism is that the open structure in silicification loess remains, but a film of gels reinforces the bond strength of cement in microstructure and forms three dimensional networks of frame grains resulting in the collapsibility of silicification loess disappearing; and mechanical properties of silicification loess are improved.

Key words: CO₂-silicification loess; microstructure; scanning electron microscope (SEM); digital image analysis; accelerated surface area and porosimetry system

1 引 言

硅化法是将水玻璃为主剂的溶液灌注到土体中, 与土颗粒胶结, 赋予土体耐水性、稳固性和不湿陷性, 并提高土的抗压和抗剪强度的一种注浆技术, 也是加固湿陷性黄土的主要化学方法。硅化法在湿陷性黄土地区新建工程中使用较少, 主要用于既有建(构)筑物黄土地基湿陷事故的处理^[1]。

化学注浆最早是由英国人 Hosagood 于 1884 年在印度建桥时使用化学药剂固砂, 至今已有 122 a 的历史。1887 年德国的 Jeziorsky 创造了原始的硅化法而获得专利, 即用一个钻孔注浓水玻璃, 相邻钻孔注氯化钙。1909 年比利时的 Lemaire Dumont 在水玻璃中加入稀酸, 发现了改变水玻璃 pH 值的凝固机制, 使用双液混合单系统的一次压注法而取

收稿日期: 2007-01-19

作者简介: 尹亚雄, 男, 1970 年生, 博士研究生, 高级工程师, 主要从事铁路路基地基处理等方面的工作。E-mail: 8000yyx@163.com

得专利。1914 年比利时的 Albert Frandois 用水玻璃和硫酸铝进行注浆。1920 年荷兰采矿工程师 E. J. Joosten 首次论证了化学注浆的可靠性,并于 1926 年用水玻璃、氯化钙双液双系统二次压注法取得专利^[2-5]。此后,欧美各国广泛应用水玻璃进行注浆。就黄土地基硅化注浆技术而言,前苏联的研究和应用成果较多;从 20 世纪 20~80 年代末,在世界各国中,前苏联是采用硅化法加固黄土工程量最多的国家,每年要加固 $5 \times 10^4 \text{ m}^3$ 以上的湿陷性黄土。我国对硅化注浆技术的研究和应用始于 20 世纪 50 年代,但发展较快,主要是在前苏联经验的基础上,结合我国具体工程情况,进行了许多试验和研究,逐步在湿陷性黄土地区发展和应用起来的^[6]。

近年来,许多专家和学者从黄土湿陷系数、干密度、压缩系数、承载力、变形模量、沉降观测等宏观方面评价了硅化黄土地基加固效果^[7],但很少从微观方面研究硅化黄土的特征。而天然黄土微结构特征,有较多的研究成果^[8-19]。因此,有必要对

硅化黄土微结构特征进行研究,并对其加固机制进行深入探讨。本文结合兰州某办公大楼不同时期黄土地基加气硅化加固工程,用扫描电镜 (SEM)、表面积孔隙分析仪对天然黄土和龄期为 13, 19, 24 a 的硅化黄土显微结构变化特点、孔隙特征进行了研究。

2 试样制备和试验方法

兰州某办公大楼建于 20 世纪 70 年代,建筑面积约 $10\,000 \text{ m}^2$ 。地基处理采用 500 mm 厚灰土垫层。1980 年、1985 年和 1991 年该楼先后在西半部、中部和东半部发生了黄土地基浸水下沉事故,均采用加气硅化注浆技术成功地实施了地基加固,加固深度为 5.50~6.00 m,阻止了黄土地基的湿陷变形和压缩变形,保证了地基的稳定。加气硅化加固过程中未影响建筑物的正常办公和使用。加气硅化法的施工工艺为:先灌注 CO_2 气体→灌注水玻璃溶液→灌注 CO_2 气体。硅化黄土物理力学性质如表 1。

表 1 加气硅化黄土的物理力学性质指标
Table 1 Physical-mechanical properties of CO_2 silicification loess

深度 / m	含水率 W/ %	密度 $\rho/\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	比重 G_s	孔隙比 e	干密度 $\rho_d/\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	湿陷系数 δ_s	渗透系数 $k/10^{-6} \text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$	压缩系数 a_{1-2}/MPa^{-1}	压缩模量 E_s/MPa	抗剪强度		无侧限抗压强度 q_u/MPa
										c/ kPa	$\varphi/ (^{\circ})$	
2.5	19.3	1.60	2.71	1.021	1.34	0.002	8.15	0.08	25.2	85	36.1	0.26
3.5	19.4	1.65	2.71	0.961	1.38	0.001	7.27	0.06	32.6	81	33.5	0.28
4.5	21.2	1.67	2.71	0.967	1.38	0.001	6.35	0.09	21.8	76	32.6	0.22
5.5	19.2	1.62	2.71	0.994	1.36	0.001	5.12	0.05	39.9	70	31.3	0.24
平均值	19.8	1.65	2.71	0.986	1.37	/	6.72	0.07	28.4	78	33.4	0.25

细粒土的微结构定性、定量研究是评价土的工程性质的一个很重要方面,尤其在微结构与土的宏观本构响应的定量化联系上。为了研究硅化黄土微结构特征,2004 年 7 月对龄期为 13, 19, 24 a 的硅化黄土地基,开挖探井后取样;并对天然黄土也开挖探井取样。将小块试样放置室内自然风干后,再用土样刀将其切割成直径约为 5~8 mm、高约 2 cm 的柱体,然后用手掰断,取其较平整的断面,用吹风机把表面的松动颗粒吹去,得到新鲜完整且保持其原状结构的试样,送入实验室进行测试。

本次测试工作在中国科学院兰州化物所固体润滑国家重点实验室完成,测试设备采用日本 TEOL 生产的 JSM-5600LV 型扫描电子显微镜 (SEM)、美国 Micromeritics 生产的 ASAP2010 型固体表面积加速器。试验操作按照实验室规定程序进行。另外,SEM 图像在天津城市建设学院采用 Leica qwin

5100 软件进行分析。

3 扫描电镜及其数字图像分析

3.1 天然黄土的微结构特征

扫描电镜 (SEM) 及其数字图像分析结果反映的是土体微结构在某一平面上的特征。对天然黄土显微照片进行观察,并运用黄土微结构的相关理论进行分析,扫描电镜的试验结果为:土的骨架颗粒以单粒为主,颗粒形态为棱角状和次棱角状,棱角清晰;土的孔隙以架空孔隙为主,粒间孔隙次之;架空孔隙的形状不规则,呈圆形、方形等各种形状;骨架颗粒表面胶结物主要是黏土矿物和碳酸钙;黏土矿物呈鳞片状、片状,多为条带状,碳酸钙分布于孔隙周围或形成包膜附在粗颗粒表面,这些物质只起胶结骨架作用;土中颗粒多呈点接触,接触面积小,颗粒间只有极少的盐晶和粘胶微粒附在接触

点处, 这种接触关系连接强度小, 连接点的牢固程度差, 在外力作用下或其他条件发生变化时, 容易产生错动或断裂。

根据骨架颗粒形态、连接形式(接触关系)、排列方式的组合, 按照有关黄土微结构的相关理论分类, 该场地黄土的微结构为粒状、架空、点接触结构, 其扫描电镜典型图片如图1、图2所示。

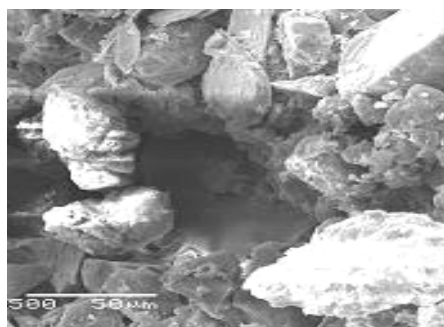


图1 NL—3.5 m 黄土样扫描电镜图片(×500)

Fig.1 SEM photograph of natural loess specimen nl-3.5 m (×500)

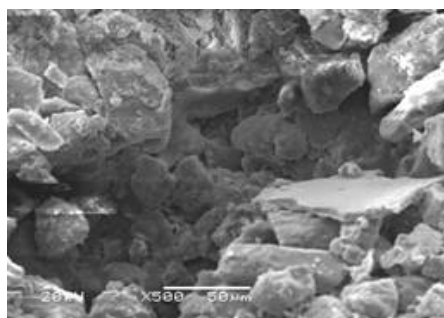


图2 NL—4.5 m 黄土样扫描电镜图片(×500)

Fig.2 SEM photograph of natural loess specimen nl-4.5 m (×500)

3.2 不同龄期的硅化黄土微结构特征

与天然黄土的微结构相比, 硅化黄土的微结构发生了明显变化。孔隙内充填有少量凝胶, 但仍具有粒状架空结构。天然黄土颗粒表面干净或者表面吸附物较少, 而硅化黄土颗粒表面附着物多。这些附着物是加气硅化过程中化学反应所生成的水合硅酸凝胶、硅酸钙(镁)凝胶, 这些凝胶薄膜包覆在骨架颗粒表面上, 颗粒由点接触多变为面接触, 增大了颗粒之间的接触面积。这样, 硅化黄土通过凝胶薄膜将骨架颗粒粘结成为一个空间网状整体, 微结构为粒状、架空、面接触结构, 在典型的显微照片如图3~5所示。图1~5中NL表示天然黄土, NL—3.5 m表示取样深度为3.5 m; Lwg表示硅化黄土, Lwg13指硅化黄土的固化龄期为13 a, 其后的—3.0 m表示取样深度为3.0 m。

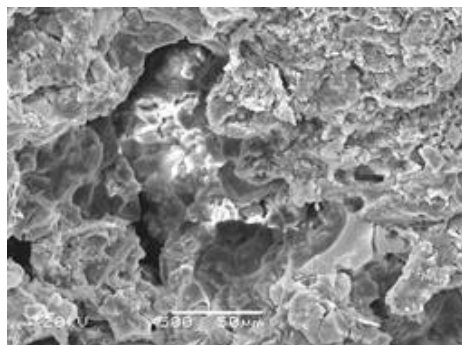


图3 Lwg13—3.0 m 硅化黄土样扫描电镜图片(×500)

Fig.3 SEM photograph of CO₂-silicification loess curing 13 years (×500)

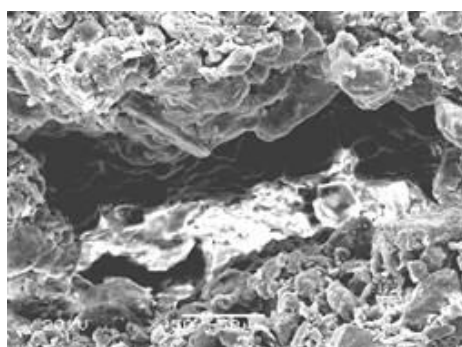


图4 Lwg19—4.5 m 硅化黄土样扫描电镜图片(×500)

Fig.4 SEM photograph of CO₂-silicification loess curing 19 years (×500)

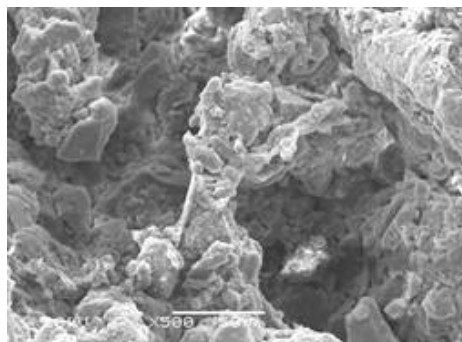


图5 Lwg24—3.0 m 硅化黄土样扫描电镜图片(×500)

Fig.5 SEM photograph of CO₂-silicification loess curing 24 years (×500)

3.3 SEM 数字图像分析

将天然黄土和不同龄期硅化黄土的扫描电镜图像信息输入计算机, 利用专业软件进行数字图像分析和处理, 微结构特征值如表2、图6。在SEM图像中, 天然黄土的面积比Area500和等效直径Mean chord 500分别为38.69%, 2.51 μm; 不同龄期硅化黄土相应的平均值为42.90%, 2.57 μm。显然, 黄土硅化后依然存在架空孔隙, 面积比未降低, 孔隙等效直径未减小。

表2 扫描电镜数字图像分析表
Table 2 Analysis of SEM digital image

试样编号	周长/ μm	点数	等效直径/ μm	面积比/%	倍数
NL-3.5 m	25 426.33	7 270	2.25	35.41	500
NL-4.5 m	24 594.44	6 882	2.77	41.96	500
NL-0 m 平均值	/	/	2.51	38.69	/
Lwg13-3.0 m	32 421.30	7 699	2.39	49.35	500
Lwg13-5.0 m	30 541.58	8 324	2.11	37.68	500
Lwg13 平均值	/	/	2.25	43.52	/
Lwg19-2.5 m	22 545.99	5 939	3.81	47.25	500
Lwg19-4.5 m	35 360.13	8 886	2.28	44.77	500
Lwg 19 平均值	/	/	3.05	46.01	/
Lwg24-3.0 m	21 045.69	5 536	2.81	37.48	500
Lwg24-4.5 m	33 601.04	8 456	2.01	40.88	500
Lwg 24 平均值	/	/	2.41	39.18	/

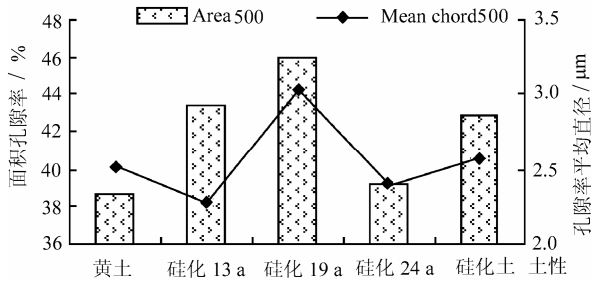


图6 天然黄土与硅化黄土面积孔隙率、孔隙平均直径对比图

Fig.6 The area ratio and mean chord comparison of CO₂-silicification loess and natural loess

4 表面积孔隙测试结果分析

表面积孔隙分析仪测试的是土体在三维空间上微结构特征。表面积孔隙测试资料分析整理后汇总于表3,表中的各种孔隙结构特征值分析如图7,具有以下特点:

表3 黄土硅化前后孔结构特征汇总一览表
Table3 Soil porous properties of nature loess and CO₂-silicification loess

编号	孔隙体积 / $\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$	孔隙表面积 / $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	孔径分布范围 / 10^{-6}mm	平均孔径 / 10^{-6}mm
NL-3.50 m	0.036 438	18.416 2	1.7~150	9.290 91
NL-4.50 m	0.039 156	17.204 6	1.7~135	10.378 36
NL 平均值	0.037 797	17.810 4	1.7~150	9.834 64
Lwg13-3.0 m	0.067 637	26.648 2	1.7~140	11.457 07
Lwg13-5.0 m	0.055 144	27.834 3	1.7~145	9.902 28
Lwg13 平均值	0.061 391	27.241 3	1.7~145	10.679 68
Lwg19-2.50 m	0.042 733	21.489 6	1.7~140	9.328 99
Lwg19-4.50 m	0.067 912	34.250 0	1.7~140	9.982 74
Lwg19 平均值	0.055 323	27.869 8	1.7~140	9.655 87
Lwg24-3.00 m	0.058 851	26.611 5	1.7~150	11.018 45
Lwg24-4.50 m	0.058 943	28.007 4	1.7~120	10.277 81
Lwg24 平均值	0.058 897	27.309 5	1.7~150	10.648 13

—□— BET 表面积 —▲— 平均孔径 —●— 孔隙体积

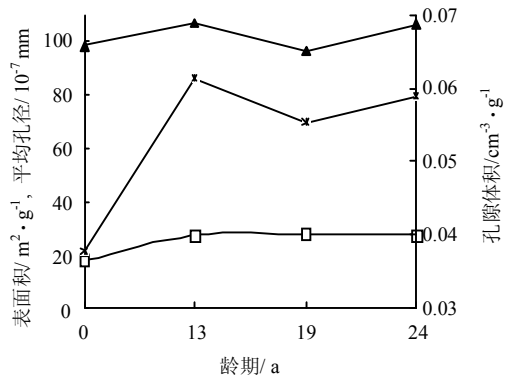


图7 天然黄土(0 a)与硅化黄土孔结构对比图

Fig.7 The porous properties comparison of CO₂-silicification loess and natural loess

(1) 孔径特点: ASAP2010 型分析仪孔径测试精度在 $1.7 \times 10^{-6} \sim 3 \times 10^{-4} \text{mm}$, 而黄土硅化前后所测试的孔径主要分布在 $1.7 \times 10^{-6} \sim 1.5 \times 10^{-4} \text{mm}$ 间。天然黄土的平均孔径为 $9.834\ 64 \times 10^{-6} \text{mm}$, 13~24 a 硅化黄土的平均孔径为 $1.032\ 789 \times 10^{-5} \text{mm}$ 。黄土硅化后,孔径分布基本无变化,平均孔径并没有减小。

(2) 硅化黄土孔隙体积大于天然黄土的相应值。13~24 a 硅化黄土的孔隙体积平均值为 $0.0585\ 37 \text{ mL/g}$, 天然黄土的孔隙体积为 $0.037\ 797 \text{ mL/g}$ 。黄土硅化后,孔隙体积没有减小。

(3) 硅化黄土孔隙表面积显著增加。天然黄土的孔隙表面积为 $17.810\ 4 \text{ m}^2/\text{g}$, 13~24 a 硅化黄土的孔隙表面积值在 $27.241\ 3 \sim 27.869\ 8 \text{ m}^2/\text{g}$ 间,其平均值为 $27.473\ 5 \text{ m}^2/\text{g}$,与前者相比增加了 $52.95\% \sim 56.48\%$ 。

5 结 论

(1) 天然黄土和加气硅化黄土的微结构均以粒状架空结构为主。

(2) 硅化黄土颗粒表面附着物多,化学反应生成的各类凝胶薄膜包覆在骨架颗粒表面上,增大了颗粒间的接触面积。

(3) 与天然黄土相比,硅化黄土孔径分布基本无变化,平均孔径、面积比和孔隙体积没有降低,但孔隙表面积从 $17.810\ 4 \text{ m}^2/\text{g}$ 增加到 $27.473\ 5 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

(4) 加气硅化黄土的机制是保持黄土架空孔隙基本不变,通过凝胶薄膜强化了黄土微结构中胶结物的强度,将骨架颗粒黏结成为一个空间网状整体,消除了黄土的湿陷性,并提高了其工程力学性能。

参 考 文 献

- [1] 陕西省计划委员会主编. GB50025-2004 湿陷性黄土地区建筑规范[S]. 北京: 中国建筑工业出版社, 2004.
- [2] 杨米加, 陈明雄, 贺永年. 注浆理论的研究现状及发展方向[J]. 岩石力学与工程学报, 2001, 20(6): 839—841.
YANG Mi-jia, CHEN Ming-xiong, HE Yong-nian. Current research state of grouting technology and its development direction in future[J]. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, 2001, 20(6): 839 — 841.
- [3] 熊厚金, 林天健, 李宁. 岩土工程化学[M]. 北京: 科学出版社, 2001.
- [4] 程鉴基, 韩学孔, 冯兆刚. 化学灌浆在地基基础工程中的应用综述[J]. 勘察科学技术, 1999, (3): 31—35.
CHENG Jian-ji, HAN Xue-kong, FENG Zhao-gang. General discussion of the application of chemical grouting on the ground-foundation projects[J]. **Chinese Journal of Geotechnical Investigation Technology**, 1999, (3): 31—35.
- [5] 王杰, 杜嘉鸿, 陈守庸. 注浆技术的发展与展望[J]. 沈阳建筑工程学院学报, 1997, 13(1): 59—64.
WANG Jie, DU Jia-hong, CHEN Shou-yong. Developing and prospects of the grouting technology[J]. **Journal of Shenyang Architectural and Civil Engineering Institute**, 1997, 13(1): 59—64.
- [6] B. E. 索柯罗维奇. 土体化学加固[M]. 裴章勤, 冯克宽译. 兰州: 甘肃科学技术出版社, 1988.
- [7] 林宗元. 岩土工程治理手册[M]. 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 1993.
- [8] 王生新, 韩文峰, 谌文武, 等. 冲击压实路基黄土的微观特征研究[J]. 岩土力学, 2006, 27(6): 939—944.
WANG Sheng-xin, HAN Wen-feng, CHEN Wen-wu, et al. Micro study on roadbed loess improvement by impact compaction technology[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2006, 27(6): 939—944.
- [9] 王银梅, 谌文武, 韩文峰. SH 固沙机理的微观探讨[J]. 岩土力学, 2005, 26(4): 650—654.
WANG Yin-mei, CHEN Wen-wu, HAN Wen-feng. Micro study on mechanism of sand fixation with SH[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2005, 26(4): 650—654.
- [10] 王梅, 白晓红, 梁仁旺, 等. 生石灰与粉煤灰桩加固软土地基的微观分析[J]. 岩土力学, 2001, 22(1): 67—70.
WANG Mei, BAI Xiao-hong, LIANG Ren-wang, et al. Microstudy on soft foundations reinforcement with lime—fly ash piles[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2001, 22(1): 67—70.
- [11] 刘恩龙, 沈珠江, 范文. 结构性黏土研究进展[J]. 岩土力学, 2005, 26, (增刊): 1—8.
LIU En-long, SHEN Zhu-jiang, FAN Wen. Advance in researches on structured clay[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2005, 26, (Supp.): 1—8.
- [12] 胡瑞林, 王思敬, 李向全, 等. 模拟强夯下黄土的固结变形特征及其微观分析[J]. 岩土力学, 1999, 20(4): 12—18.
HU Rui-ling, WANG Shi-jin, LI Xiang-quan, et al. Consolidation deformation characteristics of loess under the simulated dynamic compaction and the microstructural analysis[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 1999, 20(4): 12—18.
- [13] 杨运来. 黄土湿陷机理的研究[J]. 中国科学(B 辑), 1988, (7): 756—766.
YANG Yun-lai. Study of the mechanism of loess collapse[J]. **Science in China(Series B)**, 1988, (7): 756—766.
- [14] 高国瑞. 中国黄土的微结构[J]. 科学通报, 1980, (24): 945—948.
GAO Guo-rui. Micro-structure of loess soils in China[J]. **China Science Bulletin**, 1980, (24): 945—948.
- [15] 高国瑞. 黄土显微结构分类与湿陷性[J]. 中国科学, 1980, (12): 1 203—1 209.
GAO Guo-rui. Micro-structure classification and collapsibility of loess soils[J]. **Science in China**, 1980, (12): 1 203—1 209.
- [16] 雷祥义. 中国黄土的孔隙类型与湿陷性[J]. 中国科学(B 辑), 1987, (12): 1 309—1 315.
LEI Xiang-yi. Pore types and collapsibility of loess soils in China[J]. **Science in China(Series B)**, 1987, (12): 1 309—1 315.
- [17] 谢定义. 试论我国黄土力学研究中的若干新趋向[J]. 岩土工程学报, 2001, 23(1): 1—13.
XIE Ding-yi. Exploration of some new tendencies in research of loess soil mechanics[J]. **Chinese Journal of Geotechnical Engineering**, 2001, 23(1): 1—13.
- [18] MIAO T D, NIU Y H, LIU Z Y. Unified catastrophic model for collapsible loess[J]. **Journal of Engineering Mechanics**, 2002, 128(5): 595—598.
- [19] ROGERS C D F, DIJKSTRA T A, SMALLEY I J. Hydroconsolidation and subsidence of loess: Studies from China, Russia, North America and Europe[J]. **Engineering Geology**, 1994, 37: 83—113.