



煤气化渣基地聚合物胶结注浆材料声发射特性和损伤演化规律

齐文跃 黄艳利 赵庆新 刘泉天 韩永基

引用本文:

齐文跃, 黄艳利, 赵庆新, 等. 煤气化渣基地聚合物胶结注浆材料声发射特性和损伤演化规律[J]. 煤炭科学技术, 2025, 53(6): 211–223.

QI Wenye, HUANG Yanli, ZHAO Qingxin. Acoustic emission characteristics and damage evolution of coal gasification slag-based geopolymer cement grouting materials[J]. Coal Science and Technology, 2025, 53(6): 211–223.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.12438/cst.20240862>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

煤气化渣资源化利用综述

Review on resource utilization of coal gasification slag

煤炭科学技术. 2024, 52(8): 192–208 <https://doi.org/10.12438/cst.2023-1147>

煤气化渣特性分析及综合利用研究进展

Research progress characteristics analysis and comprehensive utilization of coal gasification slag

煤炭科学技术. 2022, 50(11): 251–257 <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/2a495359-0e29-4312-ab2f-8a48f369ec17>

煤气化渣理化特性及其所含重金属迁移规律综述

Review of physical and chemical characteristics and heavy metal migration rules of coal gasification slag

煤炭科学技术. 2025, 53(2): 426–443 <https://doi.org/10.12438/cst.2024-0475>

冲击倾向性煤不同损伤程度声发射分形特征研究

Fractal characteristics of acoustic emission in different damage degrees of impact coal

煤炭科学技术. 2021, 49(9): 38–46 <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/b137ebb9-3dda-4059-b421-ee1fc0746db3>

不同加载速率下煤岩声发射与红外辐射特征研究

Study on coal and rock acoustic emission and infrared radiation characteristics under different loading rates

煤炭科学技术. 2021, 49(7): 79–84 <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/ea7aa91e-b245-4bb9-b864-e9d98b13f723>

不同高径比煤样巴西劈裂声发射特征及能量演化机制研究

Study on acoustic emission characteristics and energy evolution of Brazilian splitting tests of coal samples with different height-diameter ratio

煤炭科学技术. 2024, 52(10): 63–77 <https://doi.org/10.12438/cst.2023-1288>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息



移动扫码阅读

齐文跃, 黄艳利, 赵庆新, 等. 煤气化渣基地聚合物胶结注浆材料声发射特性和损伤演化规律[J]. 煤炭科学技术, 2025, 53(6): 211–223.

QI Wenyue, HUANG Yanli, ZHAO Qingxin, *et al.* Acoustic emission characteristics and damage evolution of coal gasification slag-based geopolymer cement grouting materials[J]. Coal Science and Technology, 2025, 53(6): 211–223.

煤气化渣基地聚合物胶结注浆材料声发射特性和损伤演化规律

齐文跃^{1,3}, 黄艳利², 赵庆新¹, 刘泉天¹, 韩永基¹

(1. 燕山大学 城市固废无害化协同处置及利用河北省工程研究中心, 河北 秦皇岛 066004; 2. 中国矿业大学 矿业工程学院, 江苏 徐州 221116; 3. 新疆工程学院 新疆煤炭资源绿色开采教育部重点实验室, 新疆 乌鲁木齐 830023)

摘要:低品质煤基固废的堆积对生态环境安全构成严重威胁, 煤基固废注浆体功效的发挥及其破坏产生过程具有隐蔽性。采用定向级配复合后的煤矸石砂为细骨料与试验优选的煤气化渣基地聚合物联合制备注浆材料, 测量其流动性能和力学性能, 并利用声发射无损检测技术监测注浆结石体破坏过程中的声发射特征。研究表明, 注浆材料在煤气化渣粉磨 70 min 时活化效果最优, 随着质量分数的增加或胶砂比的降低, 抗压强度提升, 流动性能下降; 其中, 质量分数对抗压强度和流动性能的影响最为显著。对声发射数据进行振铃计数与能量、 b 值与振幅特征和 RA-AF 分析, 结果表明试件的损伤包括孔隙压密、裂纹萌生、裂纹扩展和峰后破坏 4 个阶段, 在裂纹萌生和裂纹扩展阶段振铃计数及累计值和能量及累计值大幅提升, 峰后破坏阶段振铃计数及累计值和能量及累计值趋于稳定。此外, b 值分析揭示了材料内部裂纹扩展尺寸的分布特征, 在裂纹萌生和裂纹扩展阶段 b 值呈现波浪线形式, 上下起伏波动大, 并存在突变值, 峰后破坏阶段 b 值趋于稳定; 振幅中位数和 1.5 倍四分位距以上中高振幅声发射事件数量分布呈先上升后趋于稳定的规律, 并在裂纹扩展阶段存在最大值。试件的损伤破坏以拉伸损伤为主, 剪切损伤为辅。研究为注浆材料损伤破坏监测提供理论支撑。

关键词: 煤气化渣; 煤矸石; 声发射; 地聚合物; 注浆材料

中图分类号: TD325

文献标志码: A

文章编号: 0253-2336(2025)06-0211-13

Acoustic emission characteristics and damage evolution of coal gasification slag-based geopolymer cement grouting materials

QI Wenyue^{1,3}, HUANG Yanli², ZHAO Qingxin¹, LIU Xiaotian¹, HAN Yongji¹

(1. Hebei Province Engineering Research Center for Harmless Synergistic Treatment and Recycling of Municipal Solid Waste, Yanshan University, Qinhuangdao 066004, China; 2. School of Mining, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221116, China; 3. Xinjiang Key Laboratory of Green Mining for Coal Resources of Ministry of Education, Xinjiang Institute of Engineering, Urumqi 830023, China)

Abstract: The accumulation of low-quality coal-based solid waste presents a significant risk to ecological and environmental safety. The concealment of the efficacy and destruction process of coal-based solid waste grout is a concern. The composite coal gangue sand with a tailored gradation was employed as the fine aggregate, and a geopolymer-based coal gasification slag formulation, experimentally optimized, was utilized to formulate the grouting material. Subsequent to this, the flowability and mechanical integrity of the grouting material were evaluated. Concurrently, acoustic emission non-destructive testing methodology was employed to monitor the acoustic emission characteristics exhibited by the grouting mass throughout its destructuration phase. The findings of the study suggested that the activation effect of the grouting materials reached its peak when the coal gasification coarse slag was finely ground for a duration of 70 minutes. Fur-

收稿日期: 2024-06-24

策划编辑: 常 琛

责任编辑: 钱小静

DOI: 10.12438/cst.2024-0862

基金项目: 河北省自然科学基金优秀青年基金资助项目 (E2024203076); 河北省教育厅科学研究青年拔尖人才资助项目 (BJK2024141); 新疆维吾尔自治区科技重大专项资助项目 (2023A01002)

作者简介: 齐文跃(1991—), 男, 河北秦皇岛人, 副教授, 博士生导师, 博士。E-mail: wenyueqi@ysu.edu.cn

通讯作者: 韩永基(1999—), 男, 河南商丘人, 硕士研究生。E-mail: h123703@163.com

thermore, an increase in the mass concentration and a decrease in the sand-to-cement ratio were observed to correlate positively with the compressive strength of the cementitious body, while negatively impacting its fluidity. Among the various factors examined, the mass concentration emerged as the pivotal parameter influencing the compressive strength. The ringing count and energy values, b -value and amplitude feature, and RA-AF analysis of the acoustic emission data revealed that the damage progression in the specimens can be categorized into four distinct stages: pore compaction, crack initiation, crack propagation, and post-peak failure. During the stages of crack initiation and crack propagation, there is a marked increase in the ringing count and cumulative values, and energy values and cumulative values. However, in the post-peak failure stage, these metrics generally exhibit a trend towards stabilization. Furthermore, the b -value analysis elucidates the distributional properties of the internal crack sizes within the material, where the b -value presents a fluctuating trend during the stages of crack initiation and propagation, characterized by significant fluctuations and abrupt changes in values. Subsequent to the peak failure stage, the b -value tends towards a state of equilibrium. The median amplitude, as well as the count of medium-high amplitude acoustic emission events exceeding 1.5 interquartile range, demonstrates a trend of initial incrementation followed by stabilization, reaching a maximum during the stage of crack propagation. The specimens primarily exhibited tensile damage failure, with shear damage being secondary in nature. The findings of this research provides theoretical underpinnings for the monitoring of damage progression and failure mechanisms in grouting materials.

Key words: coal gasification coarse slag; coal gangue; acoustic emission; geopolymer; grouting material

0 引 言

煤气化渣、煤矸石等煤基固废是煤炭开采与资源化利用过程中的副产品^[1-2]。据统计,我国煤基固废累计堆积量已超过 45 亿 t,每年新增排放量 7.95 亿 t,整体利用率低于 50%^[3-4]。煤基固废大量堆积占用土地资源,污染地下水环境以及污染空气^[5-7]。目前,煤基固废常被用于制作建筑材料^[8-12],部分技术已实现产业化,但仍面临建材市场饱和、高值化利用率低等问题,开发一种新型煤基固废利用途径至关重要。

矿区采空区注浆充填是煤基固废高效利用的方式之一^[13]。李晓磊等^[14]通过改变粉煤灰掺量调控粉煤灰-水泥-矸石胶结充填体强度,矸石充填体强度在 1.7 ~ 30.0 MPa。FANG 等^[15]研究了煤矸石、粉煤灰联合镁渣制备回填材料的可行性、碳化性能和固碳能力,研究结果表明碳化养护下 7 d 抗压强度可达 8.854 MPa,是标准养护的 27.84 倍。华心祝等^[16]使用煤矸石、气化渣、粉煤灰、炉底渣和脱硫石膏等煤基固废联合制备充填材料,28 d 强度可达 2.8 MPa;并通过声发射仪监测试件破坏,结果表明屈服破坏阶段伴随着内部集聚能量的释放,振铃计数陡然增大。综上所述,煤基固废胶结充填体具有优异的流动性能、力学性能及耐久性能。然而,充填体面临着地下高温、高压及高渗透压的复杂应力环境,易引起结构微裂纹产生和破坏的发生。因此,如何准确地预判注浆充填体地破坏前兆,对评价采空区的长期稳定性具有重要意义。

声发射是一项用于材料和结构现场监测的无损监测技术,通过声发射传感器周期性、连续地接收结

构产生的瞬态弹性波数据,该数据包含结构对损伤的反应,具有识别结构不同程度裂缝扩展和损伤机制的优势^[17-21]。声发射信号以波的形式存在,声发射信号波的重要参数包括振幅、持续时间、上升时间、振铃计数、能量和等待时间^[22]。声发射的数据处理方法主要包括振铃计数及其累计值、能量及其累计值, b 值与声发射特征和 RA-AF 分析等。 b 值是评估地震波动水平的关键参数,被引申用来表征岩石或混凝土等脆性材料的损伤特征。

曾鹏等^[23]采用声发射仪探究了充填体损伤特征,结果表明声发射振铃计数和 b 值整体呈升降波动变化规律,AE 振铃计数的突变, b 值剧烈下降可作为充填体失稳破坏的前兆。QIN 等^[24]采用声发射技术监测了煤矸石胶结充填体在载荷作用下的损伤情况,将充填体破坏过程划分为初始压密、弹性、塑性屈服和破坏 4 个阶段。程爱平等^[25]监测了充填体在单轴压缩过程中声发射活动,结合尖点突变理论预测胶结充填体的破裂过程。RA-AF 参数关联方法将声发射技术、持续时间、上升时间和最大振幅 4 个参数联系起来,用来区分材料失稳破坏过程中裂缝扩展形式^[26]。XU 等^[27]采用声发射技术监测 3 点弯曲试验中陶瓷骨料砂浆的断裂损伤特征,RA-AF 分析结果表明以拉伸损伤为主。黄虎等^[26]将高斯混合模型聚类算法和 RA-AF 法结合,分析表明在加载前期试件以剪切裂纹为主,加载后期拉伸裂纹占比增加。ZHAO 等^[28]通过对不同配比的胶结充填体进行单轴压缩声发射试验,研究了受载条件下尾砂胶结材料损伤规律及声发射特性关系。以上研究表明,声发射技术可以有效监测结构体损伤演化过程,对结构失效有明显破坏前兆。

本研究采用赤泥、电石渣协同活化煤气化渣、矿渣制备地聚合物,并与定向级配复合的煤矸石砂联合制备煤基固废胶结注浆材料,考察了质量分数、煤气化渣粉磨时间、胶砂比对注浆材料性能的影响。采用声发射仪检测试件破坏过程中声发射的振铃计数、能量、 b 值及振幅特征,研究注浆结石体的损伤演变规律,为煤气化渣基注浆材料损伤演化规律提供了理论依据。

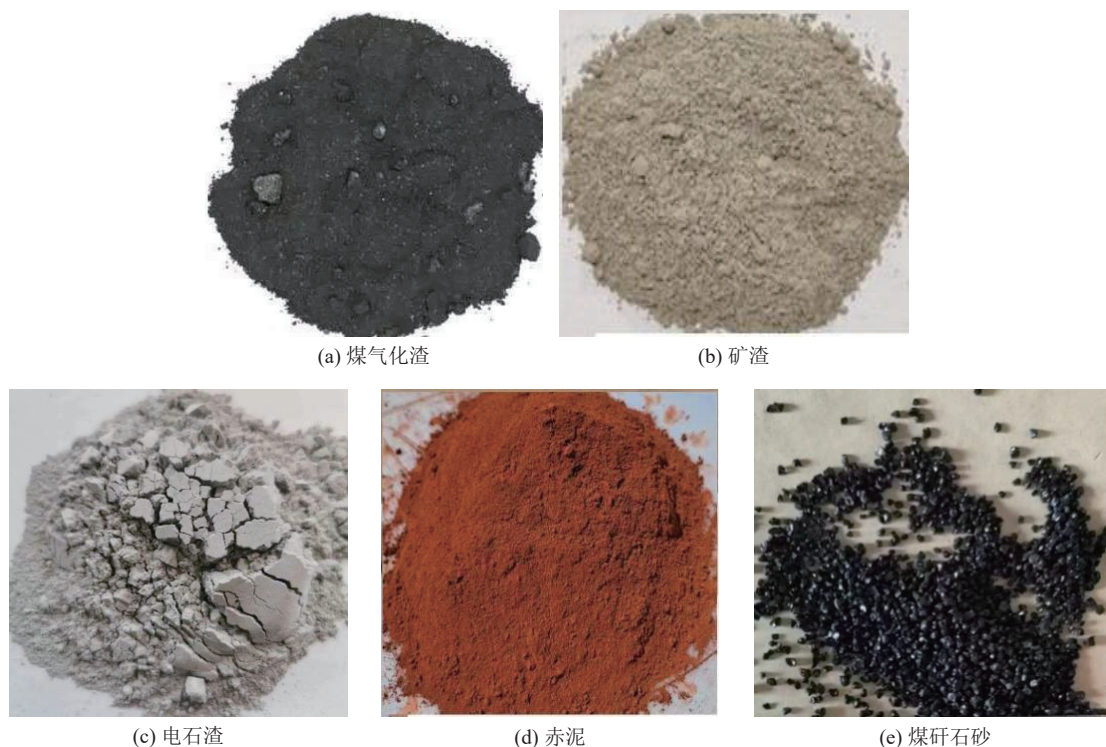
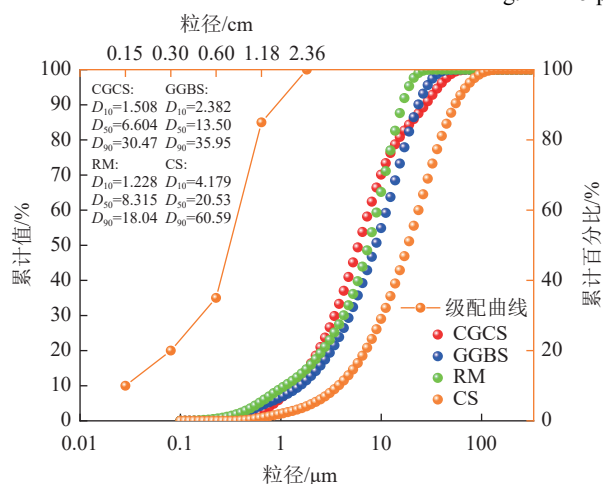


图 1 原材料表观形貌

Fig.1 Morphology of raw materials



注: D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 分别为粒径累积分布曲线 10%、50%、90% 对应的粒径。

图 2 煤气化渣、矿渣、赤泥和电石渣粒径分布与煤矸石砂颗粒级配曲线

Fig.2 Particle size distributions of CGCS, GGBS, RM and CS and grading curves of CGS

1 试验设计

1.1 原材料

煤气化渣胶结注浆材料主要由煤气化渣、矿渣、电石渣、赤泥和煤矸石砂组成。采用 BT-9300H 型激光粒度分布仪、X 射线衍射仪 (XRD)、X 射线荧光光谱仪 (XRF) 分别测定了原材料的粒径分布、晶体结构与化学成分,测试结果如图 1—图 3、表 1 所示。

煤气化粗渣 (CGCS, 简称煤气化渣) 选自宁夏某煤化工工厂,烧失量为 1.9%,球磨机粉磨 70 min 后中位粒径 $D_{50}=6.604 \mu\text{m}$,比表面积 $524.0 \text{ m}^2/\text{kg}$;矿相成分主要由方解石 $[\text{CaCO}_3]$ 、石英 $[\text{SiO}_2]$ 、莫来石 $[3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2]$ 等晶体相和非晶相铝硅酸盐构成;化学成分中 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 和 Fe_2O_3 质量分数大于 90%,根据 ASTM 618 计算可知,煤气化渣属于 F 类低钙火山灰材料。粒化高炉矿渣 (GGBS, 简称矿渣) 选用 S95 级矿粉,中位粒径 $D_{50}=13.50 \mu\text{m}$,比表面 $435.1 \text{ m}^2/\text{kg}$;主要矿相为石英 $[\text{SiO}_2]$,同时在 $20^\circ \sim 40^\circ$ 存在大量“馒头峰”,表明主要成分为非晶相的硅铝质玻璃体;主要化学成分为 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO ;经计算可知,属于高质量 ($M_s > 1.60$, 其中, $M_s = (w(\text{CaO}) + w(\text{MgO}) + w(\text{Al}_2\text{O}_3)) / (w(\text{SiO}_2) + w(\text{TiO}_2))$) 酸性 ($M_1 < 1$, 其中, $M_1 = (w(\text{CaO}) + w(\text{MgO})) / (w(\text{SiO}_2) + w(\text{Al}_2\text{O}_3))$) 和高活性 ($M_c > 0.3$, 其中, M_c

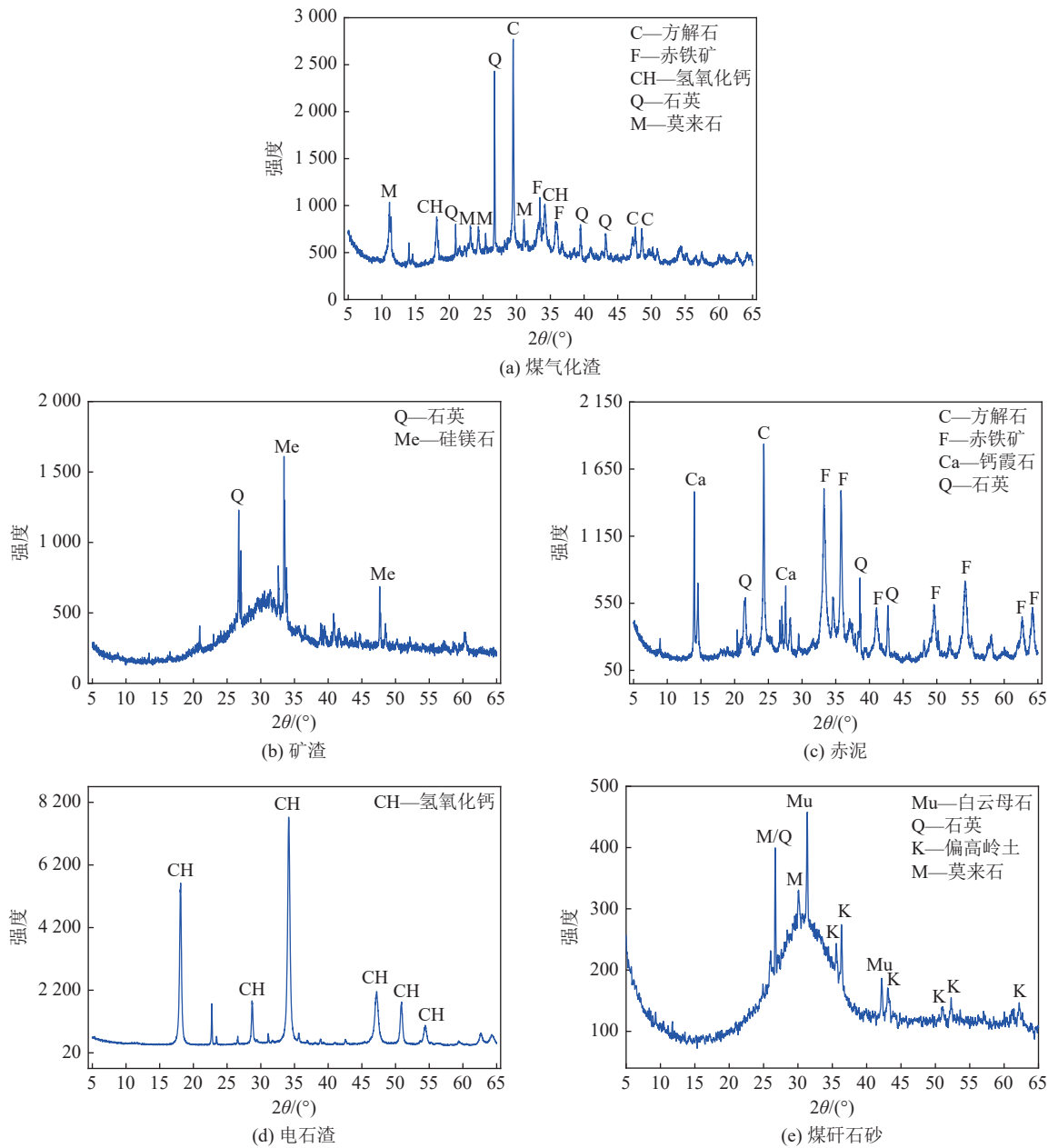


图 3 原材料 XRD 分析
Fig.3 XRD patterns of raw materials

表 1 原材料的化学组成
Table 1 Chemical composition of raw materials

原材料	质量分数/%									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	其他
煤气化渣	55.30	18.90	8.08	9.23	0.78	2.02	1.92	1.53	0.82	1.42
矿渣	33.80	18.00	33.10	1.02	2.95	0.61	8.32	0.36	1.41	0.43
赤泥	19.00	28.60	1.21	29.90	0.24			14.40	5.52	1.13
电石渣	5.82	3.21	88.30	0.25	0.37		0.33	0.37	0.10	1.25
煤矸石砂	49.79	29.35	0.68	1.85			0.51	0.08	1.50	4.12

为 $w(\text{CaO})$ 矿渣。赤泥 (RM) 选自山东某集团, pH 为 12 ~ 13, 中位粒径 8.315 μm , 比表面积 740 m^2/kg ;

矿相主要为赤铁矿 $[\text{Fe}_2\text{O}_3]$ 、钙霞石 $[(\text{Na},\text{K},\text{Ca})_{3-4}[(\text{Si},\text{Al})_6\text{O}_{12}](\text{SO}_4,\text{CO}_3,\text{Cl}) \cdot n\text{H}_2\text{O}]$ 及碳酸钙 $[\text{CaCO}_3]$;

化学组成以 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 SiO_2 和 Na_2O 为主。电石渣选自河北唐山某氯化碱有限公司,为含水量大于 90% 的电石渣料浆, pH 为 12 ~ 13, 中位粒径 $20.53\text{ }\mu\text{m}$, 比表面积 $259.5\text{ m}^2/\text{kg}$; 矿相由氢氧化钙 $[\text{CH}]$ 组成; 化学组成主要为 CaO , 质量分数高达 88.30%。煤矸石砂选自宁夏某煤矿, 含泥量小于 0.3%, 粒径分布在 0 ~ 2.36 cm, 通过计算确定为模数 2.5 的中砂; 矿相主要由偏高岭土 $[\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 、石英 $[\text{SiO}_2]$ 、莫来石 $[3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2]$

和白云母石 $[\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ 构成; 化学成分中 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 和 Fe_2O_3 质量分数大于 90%。

1.2 试样制备

采用定向级配复合后的煤矸石砂为细骨料, 与优选的煤气化渣基地聚合物联合制备注浆材料, 以质量分数 (84%、86%、88%)、煤气化渣粉磨时间 (60、70、80、90 min) 和胶砂比 (1 : 5、1 : 4、1 : 3) 为影响因素, 试验编号为 M1 ~ M9, 配合比设计见表 2。

表 2 煤气化渣基地聚合物注浆材料配合比设计
Table 2 Mixing proportions of the coal-based geopolymer grouting material

试验编号	影响因素	质量分数/%	煤气化渣粉磨时间/min	矸石砂掺量/%	胶凝材料掺量/%				水质量分数/%
					煤气化渣	矿渣	赤泥	电石渣	
M1	质量分数	84	80	67.2					16
M2		86	80	68.8	30	30	15	25	14
M3		88	80	70.4					14
M4	煤气化渣粉磨时间	86	60	68.8	30	30	15	25	14
M5			70						
M6			90						
M7	胶砂比	86	80	71.7	30	30	15	25	14
M8			80	68.8					
M9			80	64.4					

注: 质量分数=(矸石砂+胶凝材料)的质量/(水+矸石砂+胶凝材料)的质量; M1 ~ M6组胶砂比为1 : 4。

按试验配合比称取定量的煤气化渣、矿渣、赤泥、电石渣、煤矸石砂和自来水,放入水泥砂浆搅拌机搅拌,然后在试验振动台上边振捣边浇筑在 $70.7\text{ mm} \times 70.7\text{ mm} \times 70.7\text{ mm}$ 六联试模中,同时取一部分倒入跳桌上测量砂浆流动度。在室温环境下放置 24 h 后拆模,随后放入温度 $(20 \pm 1)\text{ }^\circ\text{C}$ 、湿度不低于 95% 的养护箱内养护至 3、7、14 和 28 d,取达到龄期的试件进行抗压强度与声发射测试。

1.3 试验方法

依据 GB/T 2419—2005《水泥胶砂流动度测定方法》,采用跳桌法测试新拌料浆的流动度,测量含最大直径的 2 个垂直方向的数据平均值作为测试结果,测量 3 次取平均值作为测试结果。

依据 GB/T 1767—2021《水泥胶砂强度检验方法 (ISO 法)》,当试样达到指定龄期后,采用英斯特朗万能试验机以 0.5 mm/min 的加载速率进行结石体抗压强度试验,测量 3 次取平均值作为测试结果。

声发射监测技术是一种灵敏的无损检测方法,在进行 UCS 测量时,同时进行声发射 (AE) 监测,测量使用 DS2 系列全信息声发射信号分析仪。使用 2

个传感器来监测样品的声发射信号,使用凡士林作为耦合剂增强样品与 2 个接收器之间的声发射信号传输,并使用胶带将传感器固定在样品的横向对称中心。采样频率为 3 MHz,采样信号放大器放大 40 dB,噪声阈值选择 40 dB 来消除背景噪声,试验流程如图 4 所示。

b 值是声发射相对震级分布的函数,也是材料中裂纹扩展尺寸分布的函数,根据实验中声发射检测系统的信号采集频率,一次采样选取 100 个声发射数据,50 个数据作为间隔,分级间隔设为 0.2,按时间顺序进行采样,并计算 b 值。适用于 AE 参数的 b 值计算如式 (1) 所示:

$$\lg N = a - \frac{bA}{20}$$

(1)

式中: N 为幅值大于 A 的 AE 事件数; A 为 AE 事件的幅值, dB; a 为经验常数; b 为 AE 事件的 b 值。

试块失稳破坏过程中裂纹扩展形式通过 AF 和 RA 两个波形参数呈现, RA-AF 关系能够直接识别拉伸损伤和剪切损伤。AF 和 RA 的求解公式如式 (2) 所示:



图 4 试验流程

Fig.4 Experimental procedure flowchart

$$\begin{cases} AF = \frac{m}{T} \\ RA = \frac{t}{A_{\max}} \end{cases} \quad (2)$$

式中: m 为声发射计数; T 为持续时间, s; t 为声发射上升时间, s; $A_{\max}$ 为最大振幅, dB。

拉伸损伤特点是上升时间间隔短, 振幅小, 产生纵波; 剪切损伤上升持续时间更长, 上升幅度更大。拉伸损伤典型表现为高 AF 和低 RA , 而剪切损伤典型表现为低 AF 和高 RA [29]。

2 结果与讨论

2.1 流动性能与力学性能

2.1.1 质量分数的影响

不同质量分数下注浆浆体流动度和结石体抗压强度的测试结果如图 5 所示。

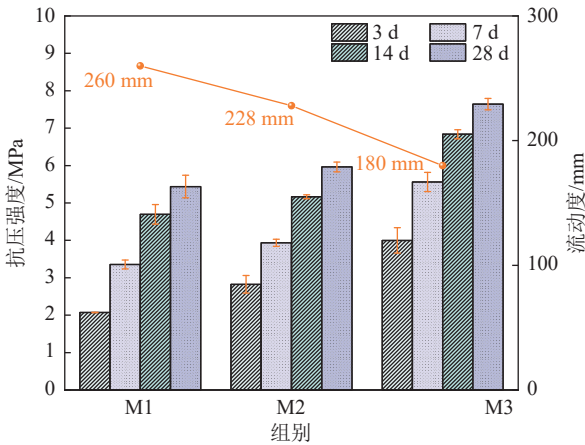


图 5 不同质量分数下注浆浆体的抗压强度与流动度

Fig.5 Compressive strength and fluidity of grouting slurry with different mass concentrations

由图 5 可知, 随着质量分数的增加, 流动度呈降低趋势, 当质量分数由 84% 分别提升到 86%、216

88% 时, 流动度从 260 mm 降到 228 mm 和 180 mm, 降幅分别为 12% 和 31%; 当质量分数超过 88% 后, 流动度将不再满足 GB/T 39489—2020 中最低要求。这是由于质量分数的增大导致含水量的降低, 未水化的前驱体内芯增大, 颗粒间距减小, 导致范德华力增强, 浆体稠度增大 [30]; 同时, 随着质量分数增大, 较低水胶比导致孔隙自干率提升, 自由水含量进一步降低, 料浆内阻力增大 [31]; 此外, 质量分数的增大导致料浆的碱溶液中 OH^- 浓度升高, 促进水化反应。上述原因的综合作用导致料浆的流动性降低。

当质量分数由 84% 增加至 86% 和 88% 时, 结石体抗压强度分别增加了 0.524 MPa 和 2.203 MPa, 增幅分别为 9% 和 40%。同时, 试样 3 d 的抗压强度均大于 2.0 MPa, 具有良好的早期力学性能, 这是由于随着质量分数的增加, 地聚合物固体颗粒间距离变小, 水化产物短时间构成凝聚体, 有助于早期强度的形成 [32]。同时, 浆体孔隙度降低, 使得结石体密实度增加, 强度也随之增加。综上所述, 当质量分数为 84% ~ 88% 时, 流动性能和抗压强度均满足注浆材料的工程需求, 当质量分数为 86% 时, 流动度为 228 mm, 28 d 抗压强度为 5.963 MPa, 整体性能较为均衡。

2.1.2 煤气化渣粉磨时间的影响

不同煤气化渣粉磨时间下注浆浆体流动度和结石体抗压强度的测试结果如图 6 所示。

由图 6 可知, 随着煤气化渣粉磨时间的增加, 流动度会出现小幅度降低趋势, 当粉磨时间由 60 min 分别提升到 70、80、90 min 时, 流动度从 235 mm 降到 230、228 和 216 mm, 降幅分别为 2%、4% 和 8%。一方面由于随着粉磨时间的延长, 煤气化渣比表面积增大, 单位面积需水量增加 [33]。另一方面, 碱溶液

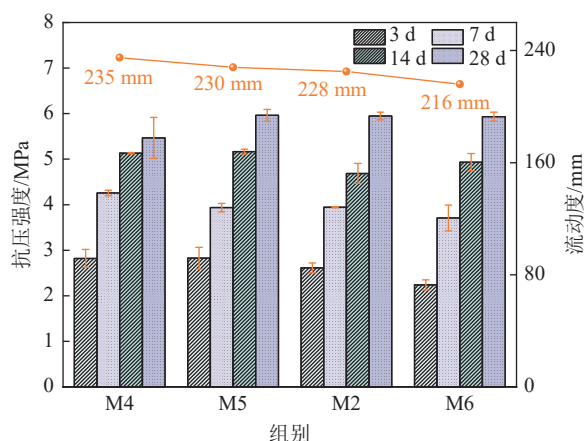


图 6 不同煤气化渣粉磨时间下注浆浆体的抗压强度与流动度
Fig.6 Compressive strength and fluidity of grouting slurry with different grinding time of CGCS

中硅铝单体溶解度的提高加速了水化反应, 流动性随之降低。

当粉磨时间由 60 min 增加至 70 min 时, 各龄期结石体抗压强度呈现小幅度增加, 28 d 抗压强度从 5.466 MPa 提升到 5.985 MPa, 增幅为 9%。然而, 当粉磨时间由 70 min 增加至 90 min 时, 抗压强度变化较为平缓, 保持在 5.9 MPa。这主要是由于粉磨能够增大比表面积, 使煤气化渣中晶体和非晶结构产生缺陷和错位; 同时, 尺寸的减小降低了晶体间的结合键能, 导致煤气化渣硅铝玻璃体中 Ca-O 、 Si-O-Al 和 O-Si-O 键的断裂, 提高了煤气化渣的活性, 进而碱溶液中 Ca^{2+} 、 AlO_4^{5-} 和 SiO_4^{4-} 含量提升, 促进 N/C-(A)-S-H 凝胶和 CaCO_3 的生成^[34-35]。这一过程在粉磨时间从 60 min 提升到 70 min 表现较为明显。当粉磨时间超过 70 min 时, 粉磨效率降低, 煤气化渣比表面积增加趋势减缓, 活性提升效率也随之降低, 从而使得水化速度变化趋于缓和^[36]。因此, 当粉磨时间为 70~90 min 时, 结石体抗压强度变化不大。综上所述, 当粉磨时间为 70 min 时, 注浆材料流动性、力学性能和经济效益达到最优, 流动度为 230 mm, 28 d 抗压强度为 5.985 MPa。

2.1.3 胶砂比的影响

不同胶砂比下注浆浆体流动度和结石体抗压强度的测试结果如图 7 所示。

由图 7 可知, 随着胶砂比的增加, 流动度呈降低趋势, 当胶砂比由 1:5 提升到 1:4、1:3, 流动度分别从 235 mm 降到 228 和 205 mm, 降幅分别为 3% 和 13%。这主要因为随着胶砂比的增大, 料浆中地聚合物含量占比降低, 骨料的相对含量增加, 其表面包裹的浆量降低, 骨料间润滑作用效果变差, 流动

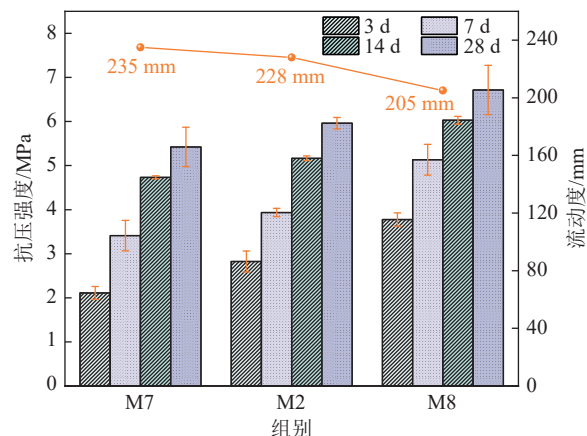


图 7 不同胶砂比下注浆浆体的抗压强度与流动度
Fig.7 Compressive strength and fluidity of grouting slurry with different cement-sand ratio

度随之降低^[37]。

当胶砂比由 1:5 增加至 1:4 和 1:3 时, 结石体 28 d 抗压强度由 5.424 MPa 提升到 5.963 和 6.715 MPa, 增幅分别为 9% 和 23%; 同时, 试样的早期强度增幅显著, 当胶砂比由 1:5 增加至 1:4 和 1:3 时, 3 d 抗压强度分别提升 0.716、0.95 MPa, 增幅分别为 34%、45%。已有研究^[38]表明结石体抗压强度与填料密实度成正比, 随着胶砂比的增加, 结石体密实度升高, 单位体积内的矽石砂数量增加, 抗压强度呈增长的趋势。综上所述, 当胶砂比为 1:4 时, 整体性能最优。

2.2 声发射特征

2.2.1 声发射振铃计数与能量

以不同质量分数和煤气化渣粉磨时间为例, 探索注浆结石体在损伤破坏过程中的声发射特性, AE 振铃计数及累计值、AE 能量及累计值如图 8 所示, 试样的累计 AE 振铃计数和累计 AE 能量见表 3。由图 8 可知, 煤气化渣基注浆结石体 AE 特征基本呈先上升再下降然后趋于稳定, 损伤破坏过程大致分为以下 4 个阶段^[39], 各阶段 AE 信号特征和裂缝发展如下:

孔隙压密阶段 (阶段 I): AE 振铃计数和 AE 能量整体呈先上升后下降的趋势, 整体相对含量较低, 累计声发射信号大体呈线性增长; 此阶段产生的 AE 振铃计数和能量是由于在低应力下的原生孔隙闭合与尾砂颗粒错位摩擦所致。

裂纹萌生阶段 (阶段 II): AE 振铃计数和 AE 能量持续增加, 出现最高值, 与应力-应变曲线的弹性变形阶段相对应, 累计声发射信号大体呈指数型增长; 此阶段在集中应力作用下微裂缝大量产生。

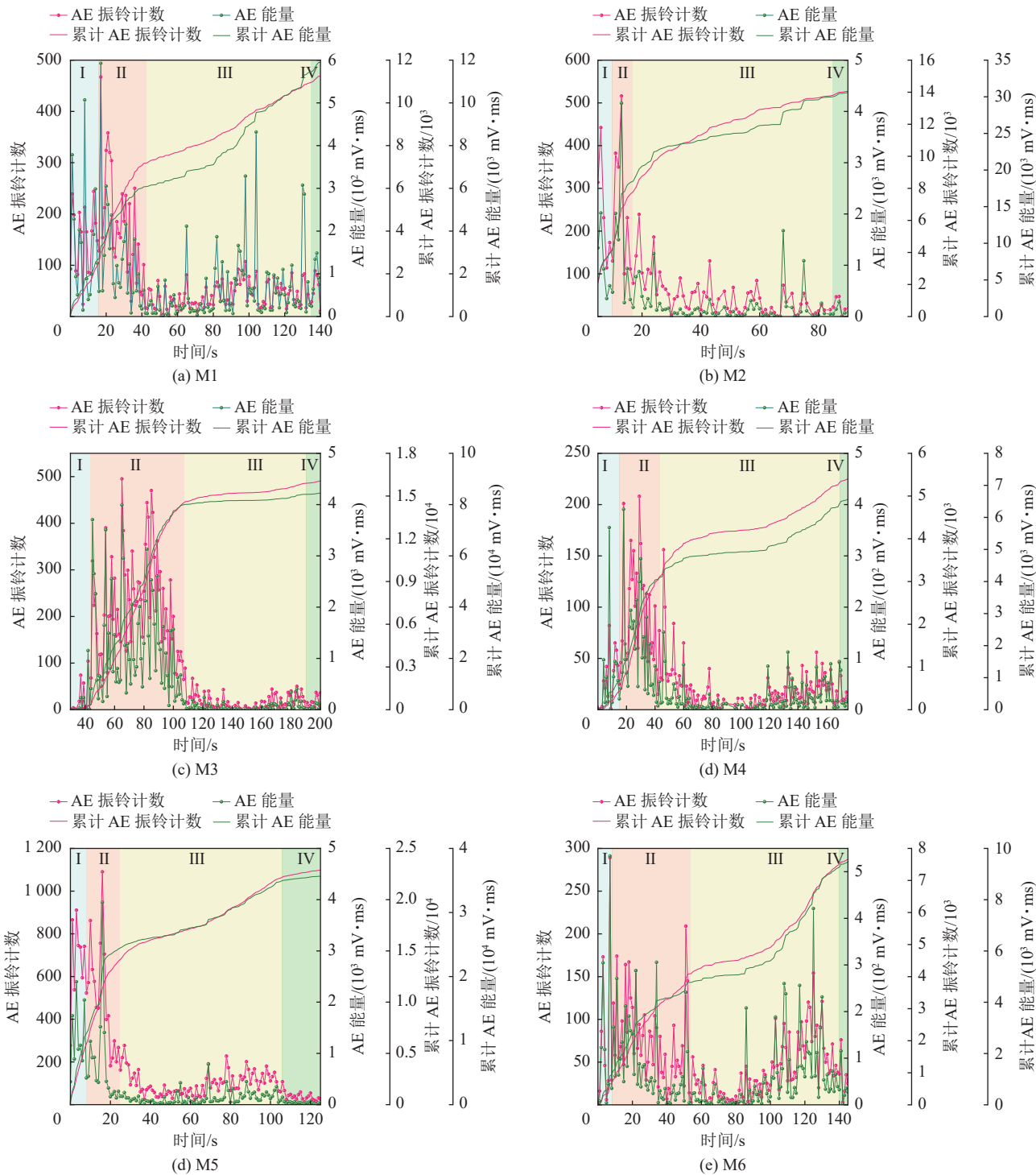


图 8 试样的 AE 振铃计数及累计值和 AE 能量及累计值

Fig.8 AE counts and cumulative AE counts and AE energy and cumulative AE energy of samples

表 3 试样的累计 AE 振铃计数和累计 AE 能量

Table 3 cumulative AE counts and cumulative AE energy of samples

组别	M1	M2	M3	M4	M5	M2	M6
累计AE振铃计数	11 700	14 046	16 500	5 402	23 000	14 046	7 897
累计AE能量/(mV · ms)	12 000	30 679	90 000	6 568	35 000	30 679	9 768

裂纹扩展阶段 (阶段Ⅲ): AE 振铃计数开始下降并处于稳定阶段, AE 能量会有新的小峰值出现, 与

应力-应变曲线下塑性变形阶段相对应, 累计声发射信号呈对数型增长, 持续增长; 此阶段裂纹交汇、贯

通,宏观裂纹开始形成,大尺度裂缝扩展迅速。

峰后破坏阶段(阶段IV): AE 振铃计数和 AE 能量趋于稳定,与应力-应变曲线下塑形破坏阶段相对应,累计声发射信号接近于水平(图中阶段IV持续时间很短);此阶段裂纹进一步发展贯穿裂缝形成,试件破坏。

由图 8a—图 8c 可知,随着质量分数的增加,结石体 AE 振铃计数及累加值、AE 能量及累加值也随之增高。当质量分数由 84% 增加至 88% 时,AE 振铃计数维持在 500 左右,AE 振铃计数累加值和 AE 能量、AE 能量累加值分别由 11 700 和 600、12 000 mV·ms 增加至 16 500 和 4 500、90 000 mV·ms,增幅分别为 41% 和 650%、650%。主要原因在于质量分数的增加提高了骨料占比,裂纹形成和发展将伴随更强烈的声发射活动,振铃计数和能量同步提升。

由图 8b,图 8d—图 8e 可知,随着煤气化渣粉磨时间的增加,注浆结石体 AE 振铃计数及累加值、AE 能量及累加值也随之增高。在煤气化渣粉磨

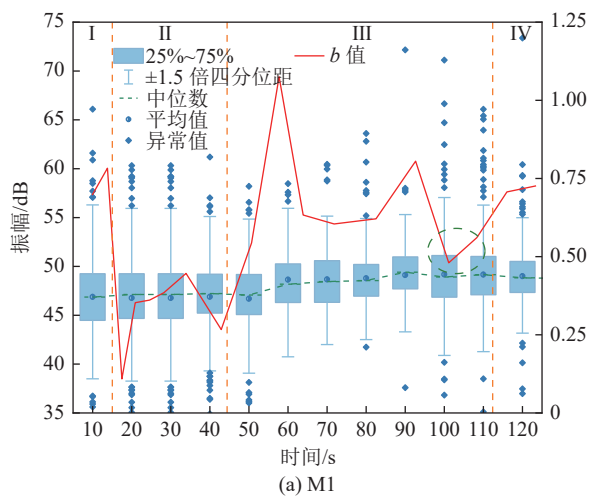
70 min 时,注浆结石体的声发射信号涨幅最高,AE 振铃计数累加值和 AE 能量累加值分别为 23 000 和 35 000 mV·ms。其中,AE 振铃计数累加值和 AE 能量累加值较 60 min 分别提升 326%、432%。随着煤气化渣粉磨时间的增加,结石体中水化产物生成量显著提高,孔隙率降低,结构更加致密。因此,致密的结构在压力作用下裂纹的形成和扩展带来更剧烈的声发射活动,振铃计数和能量提升^[40]。当粉磨时间超过 70 min 后,AE 振铃计数及累加值、AE 能量及累加值变化不明显。

2.2.2 声发射 b 值与振幅特征

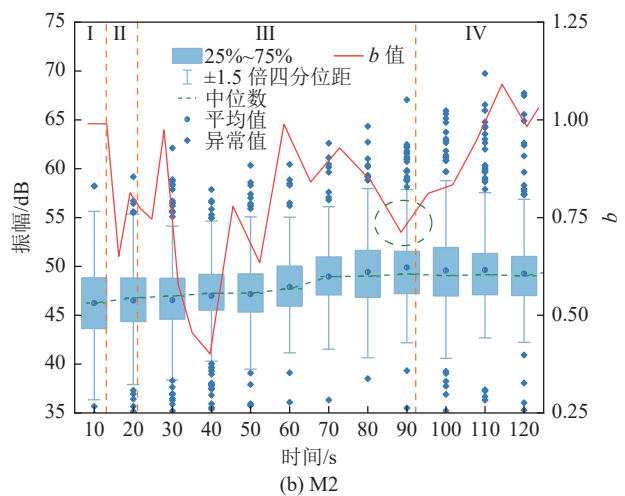
不同质量分数和煤气化渣粉磨时间因素影响下注浆结石体 b 值与振幅特征如图 9 所示。

b 值减小则大幅值的声发射事件数量增多,小幅值的声发射事件占比降低,此时尺寸较大的裂纹扩展较多。 b 值增大则小幅值的声发射事件数量增多,占比升高,此时微裂纹快速扩展^[41]。

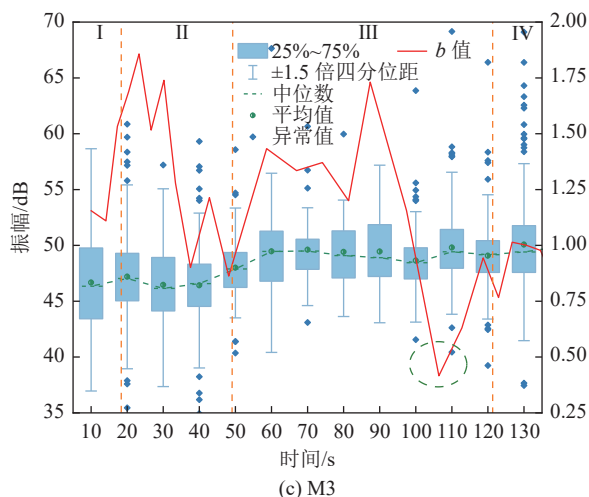
在阶段 I, b 值相对稳定,说明该阶段以孔隙压实为主,裂缝发育缓慢。在阶段 II、III, b 值呈波浪



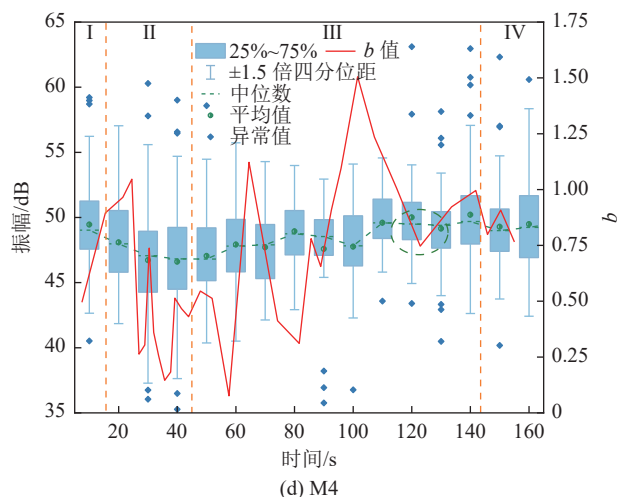
(a) M1



(b) M2



(c) M3



(d) M4

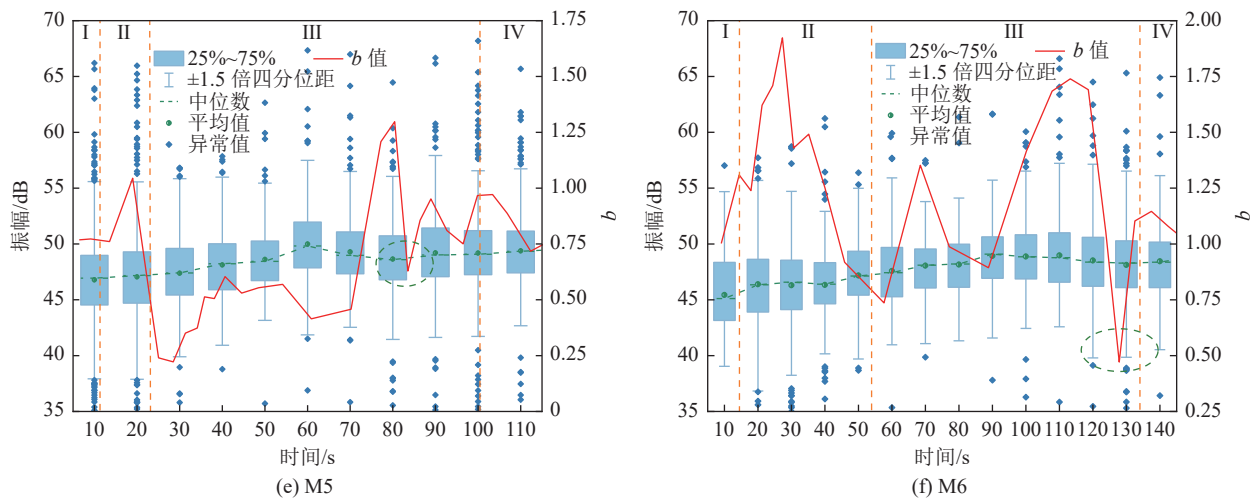


图 9 试样的 b 值与振幅特征
Fig.9 b value and amplitude characteristics of samples

线形式, 上下起伏波动大, 表明在压力作用下注浆结石体内部裂纹大量形成并扩展, 且在阶段Ⅲ存在 b 值的突变值, 可视为注浆结石体的破坏前兆, 为注浆材料稳定性预测提供理论参考^[42]。在阶段Ⅳ, b 值趋于平稳, 存在的起伏与结石体内部破坏后, 持续出现微小裂纹有关。在 M3 组质量分数为 88% 与 M5 组粉磨时间 70 min 时, 整体振幅分布区间更大, b 值跳动范围更广, 突变值出现陡降, 表明结构致密性更高, 结石体存在更剧烈的声发射活动, 大裂缝的形成越多。

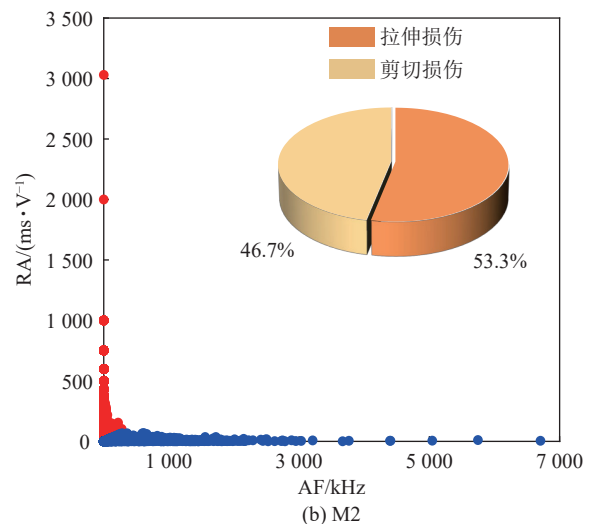
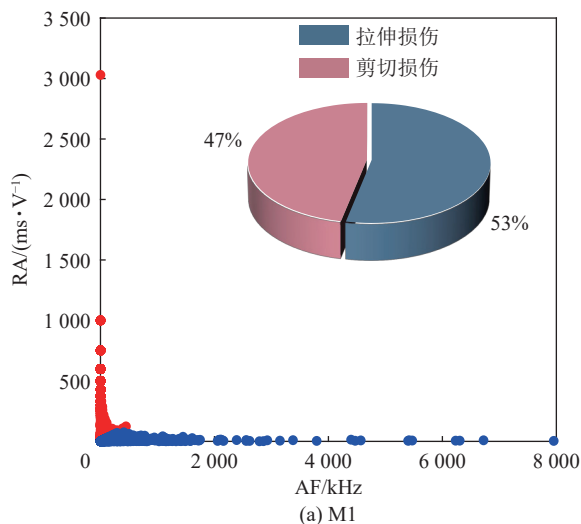
同时, 在整个加载过程中, 声发射振幅主要分布在 40 ~ 50 dB, 并且随着应变的增大, 振幅的主要分布呈现由阶段Ⅰ、Ⅱ到阶段Ⅲ上升, 再到阶段Ⅳ保持平稳的规律。阶段Ⅰ 1.5 倍四分位距以上中高振幅声发射事件数量较稀疏; 而在阶段Ⅱ中高振幅声发射事件分布较前一阶段更加密集; 阶段Ⅲ声发射振

幅中位数最高, 1.5 倍四分位距以上中高振幅声发射事件数量最为密集; 阶段Ⅳ声发射振幅中位数和 1.5 倍四分位距以上中高振幅声发射事件数量出现下降趋势; 说明煤气化渣基注浆结石体在阶段Ⅲ内部裂纹扩展至贯通裂缝, 试件失稳破坏。

2.2.3 注浆材料裂纹扩展形式

不同质量分数和煤气化渣粉磨时间因素影响下注浆结石体 RA-AF 关系如图 10 所示。

由图 10 可知, 不同质量分数下注浆结石体的拉伸损伤占比分别为 53%、53.3%、53.7%, 剪切损伤占比分别为 47%、46.7%、46.3%。结果表明结石体中形成的裂缝以拉伸裂缝为主导作用, 且随着质量分数的增加, 拉伸损伤占比逐渐增大, 相应的剪切损伤占比降低, 说明当注浆结石体的结构密实性增加, 拉伸损伤占比会进一步提高。不同粉磨时间下注浆结石体的拉伸损伤占比和剪切损伤占比分别为 52.1%、



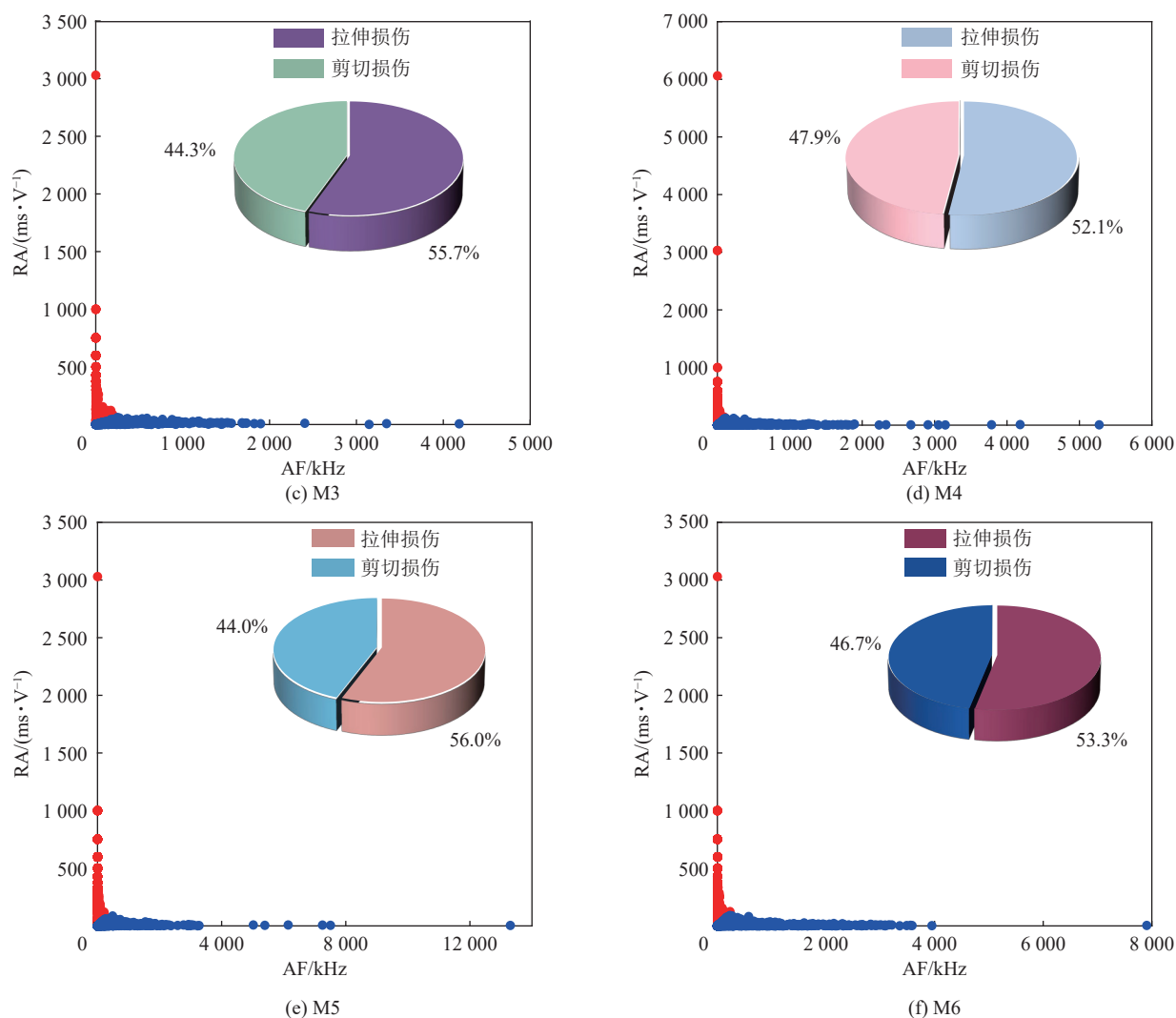


图 10 试样 RA-AF 关系

Fig.10 RA-AF relationship diagram of samples

56%、53.3% 和 47.9%、44%、46.7%。结石体中仍以拉伸裂缝的形成为主,且随着粉磨时间的增加,拉伸损伤占比先增大后降低。

3 结 论

1) 煤气化渣基聚合物联合煤矸石砂制备注浆材料,在煤气化渣粉磨 70 min 时活化效果最优,随着质量分数的增加和胶砂比的降低,结石体抗压强度提升,流动性能下降;其中,质量分数对抗压强度的影响最为显著。

2) 注浆结石体损伤破坏过程可分为孔隙压密、裂纹萌生、裂纹扩展和峰后破坏 4 个阶段。声发射活动的振铃计数和能量变化在裂纹萌生、裂纹扩展阶段最为密集,累计振铃计数和累计能量也同步增长最快。 b 值呈波浪线形式,且在阶段Ⅲ存在 b 值突变值,可视为注浆结石体的破坏前兆。

3) 单轴无侧限抗压过程中煤气化渣基注浆结石体破坏主要包括拉伸损伤和剪切损伤,且以拉伸损伤为主,剪切损伤为辅;当注浆结石体的结构密实性增加,拉伸损伤占比会进一步提高。

4) 本研究采用全固废制备低品质煤基固废注浆材料,并探讨了其破坏过程中的损伤机制,对于隐蔽性材料的功效发挥提供理论参考。同时,在该注浆材料对破碎岩石的加固效果及声发射数据的优化分析算法等方面有待进一步研究。

参考文献(References):

- [1] 王玉涛. 煤矸石固废无害化处置与资源化综合利用现状与展望[J]. 煤田地质与勘探, 2022, 50(10): 54-66.
WANG Yutao. Status and prospect of harmless disposal and resource comprehensive utilization of solid waste of coal gangue[J]. Coal Geology & Exploration, 2022, 50(10): 54-66.
- [2] ZHANG Y F, QU J S, ZHANG J B, et al. Distribution, occurrence,

- and leachability of typical heavy metals in coal gasification slag[J]. *Science of The Total Environment*, 2024, 926: 172011.
- [3] ZHANG J Q, YANG K, HE X, et al. Research status of comprehensive utilization of coal-based solid waste (CSW) and key technologies of filling mining in China: A review[J]. *Science of The Total Environment*, 2024, 926: 171855.
- [4] LV B, DENG X W, JIAO F S, et al. Enrichment and utilization of residual carbon from coal gasification slag: A review[J]. *Process Safety and Environmental Protection*, 2023, 171: 859–873.
- [5] GUO W, XI B D, HUANG C H, et al. Solid waste management in China: Policy and driving factors in 2004–2019[J]. *Resources, Conservation and Recycling*, 2021, 173: 105727.
- [6] SIDDIQUA A, HAHADAKIS J N, AL-ATTIYA W A K A. An overview of the environmental pollution and health effects associated with waste landfilling and open dumping[J]. *Environmental Science and Pollution Research*, 2022, 29(39): 58514–58536.
- [7] 张吉雄, 张强, 周楠, 等. 煤基固废充填开采技术研究进展与展望[J]. *煤炭学报*, 2022, 47(12): 4167–4181.
- ZHANG Jixiong, ZHANG Qiang, ZHOU Nan, et al. Research progress and prospect of coal based solid waste backfilling mining technology[J]. *Journal of China Coal Society*, 2022, 47(12): 4167–4181.
- [8] 孟凡会, 张敬浩, 杜娟, 等. 煤基固废制泡沫陶瓷的发泡工艺研究及应用进展[J]. *洁净煤技术*, 2022, 28(1): 155–165.
- MENG Fanhui, ZHANG Jinghao, DU Juan, et al. Research and application progress of foaming technology of foam ceramics made from coal-based solid waste[J]. *Clean Coal Technology*, 2022, 28(1): 155–165.
- [9] 常瑞祺, 张建波, 李会泉, 等. 煤基固废制备胶凝材料研究进展及应用[J]. *洁净煤技术*, 2024, 30(2): 316–330.
- CHANG Ruiqi, ZHANG Jianbo, LI Huiquan, et al. Research progress and application of cementing materials prepared from coal based solid waste[J]. *Clean Coal Technology*, 2024, 30(2): 316–330.
- [10] SU S F, TAHIR M H, CHENG X X, et al. Modification and resource utilization of coal gasification slag-based material: A review[J]. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2024, 12(2): 112112.
- [11] HAN Y, ZHOU M, WANG J J, et al. Optimization of coal-based solid waste ceramsite foam concrete mix proportions and performance study[J]. *Construction and Building Materials*, 2024, 416: 135226.
- [12] YAN P F, MA Z G, LI H B, et al. Evaluation of the shrinkage properties and crack resistance performance of cement-stabilized pure coal-based solid wastes as pavement base materials[J]. *Construction and Building Materials*, 2024, 421: 135680.
- [13] 张吉雄, 张强, 巨峰, 等. 煤矿“采选充+X”绿色化开采技术体系与工程实践[J]. *煤炭学报*, 2019, 44(1): 64–73.
- ZHANG Jixiong, ZHANG Qiang, JU Feng, et al. Practice and technique of green mining with integration of mining, dressing, backfilling and X in coal resources[J]. *Journal of China Coal Society*, 2019, 44(1): 64–73.
- [14] 李晓磊, 杜献杰, 冯国瑞, 等. 水泥-粉煤灰基研石胶结充填体破坏特征及强度形成机制[J]. *煤炭科学技术*, 2024, 52(5): 36–45.
- LI Xiaolei, DU Xianjie, FENG Guorui, et al. Failure characteristics and strength formation mechanism of cement-fly ash based cemented gangue backfill[J]. *Coal Science and Technology*, 2024, 52(5): 36–45.
- [15] FANG Z Y, GAO Y H, HE W, et al. Carbonation curing of magnesium-coal slag solid waste backfill material: Study on properties of flow, mechanics and carbon sequestration[J]. *Case Studies in Construction Materials*, 2024, 20: e03204.
- [16] 华心祝, 常贯峰, 刘啸, 等. 多源煤基固废充填体强度演化规律及声发射特征[J]. *岩石力学与工程学报*, 2022, 41(8): 1536–1551.
- HUA Xinzhu, CHANG Guanpeng, LIU Xiao, et al. Strength evolution law and acoustic-emission characteristics of multi-source coal-based filling body of solid wastes[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2022, 41(8): 1536–1551.
- [17] PREM P R, SANKER A P, SEBASTIAN S, et al. A review on application of acoustic emission testing during additive manufacturing[J]. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 2023, 42(4): 96.
- [18] HASSAN F, MAHMOOD A K B, YAHYA N, et al. State-of-the-art review on the acoustic emission source localization techniques[J]. *IEEE Access*, 2021, 9: 101246–101266.
- [19] VAN STEEN C, NASSER H, VERSTRYNGE E, et al. Acoustic emission source characterisation of chloride-induced corrosion damage in reinforced concrete[J]. *Structural Health Monitoring*, 2022, 21(3): 1266–1286.
- [20] 房芳, 郑辉, 汪玉, 等. 机械结构健康监测综述[J]. *机械工程学报*, 2021, 57(16): 269–292.
- FANG Fang, ZHENG Hui, WANG Yu, et al. Mechanical structural health monitoring: A review[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2021, 57(16): 269–292.
- [21] 赵奎, 李从明, 曾鹏, 等. 持续高温作用下花岗岩特征应力及声发射特征试验研究[J]. *岩石力学与工程学报*, 2024, 43(7): 1580–1592.
- ZHAO Kui, LI Congming, ZENG Peng, et al. Experimental study on characteristic stress and acoustic emission characteristics of granite under continued high temperature[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2024, 43(7): 1580–1592.
- [22] 苏怀智, 姚可夫, 杨立夫, 等. 声发射测试方法及其用于水泥基材料劣化过程的评估[J]. *硅酸盐学报*, 2022, 50(11): 2971–2980.
- SU Huaizhi, YAO Kefu, YANG Lifu, et al. Application of acoustic emission method for evaluation of cement-based materials degradation: A short review[J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2022, 50(11): 2971–2980.
- [23] 曾鹏, 曹蔚, 赵奎, 等. 选矿废水拌合尾砂胶结充填体强度演化规律及声发射特征[J]. *煤炭学报*, 2024, 49(S1): 167–181.
- ZENG Peng, CAO (Wei) Yu, ZHAO Kui, et al. Strength evolution law and acoustic emission characteristics of cemented backfill mixed with tailings from mineral processing wastewater[J]. *Journal of China Coal Society*, 2024, 49(S1): 167–181.
- [24] QIN Z F, JIN J X, LÜ X L, et al. Insights into mechanical prop-

- erty and damage evaluation of a novel waste-based coal gangue-filled backfill[J]. *Construction and Building Materials*, 2023, 389: 131802.
- [25] 程爱平, 董福松, 舒鹏飞, 等. 连续级配胶结充填体力学特性及声发射特征[J]. 华中科技大学学报(自然科学版), 2021, 49(8): 46–52.
- CHENG Aiping, DONG Fusong, SHU Pengfei, et al. Mechanical properties and acoustic emission characteristics of continuous graded cemented backfill[J]. *Journal of Huazhong University of Science and Technology (Natural Science Edition)*, 2021, 49(8): 46–52.
- [26] 黄虎, 刘赵涵, 邱庆明, 等. 基于声发射检测的 CSG 材料损伤演变及裂缝识别 [J/OL]. 建筑材料学报, 2023: 1–16 [2023–12–12]. <https://kns.cnki.net/KCMS/detail/detail.aspx?filename=JZCX20231208008&dbname=CJFD&dbcode=CJFQ>.
- HUANG Hu, LIU Zhaoan, QIU Qingming, et al. Damage evolution and crack identification of CSG material based on acoustic emission detection technology[J/OL]. *Journal of Building Materials*, 2023: 1–16 [2023–12–12]. <https://kns.cnki.net/KCMS/detail/detail.aspx?filename=JZCX20231208008&dbname=CJFD&dbcode=CJFQ>.
- [27] XU J, NIU X L, MA Q, et al. Mechanical properties and damage analysis of rubber cement mortar mixed with ceramic waste aggregate based on acoustic emission monitoring technology[J]. *Construction and Building Materials*, 2021, 309: 125084.
- [28] ZHAO K, YANG J, YU X, et al. Damage evolution process of fiber-reinforced backfill based on acoustic emission three-dimensional localization[J]. *Composite Structures*, 2023, 309: 116723.
- [29] JIANG Z, ZHANG Z, Liu Y, et al. Acoustic emission characteristics of coal and limestone failure based on MFCC[J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2024, 309: 110426.
- [30] OZER B, OZKUL M H. The influence of initial water curing on the strength development of ordinary Portland and pozzolanic cement concretes[J]. *Cement and Concrete Research*, 2004, 34(1): 13–18.
- [31] SATHONSAOWAPHAK A, CHINDAPRASIRT P, PIMRAKSA K. Workability and strength of lignite bottom ash geopolymer mortar[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2009, 168(1): 44–50.
- [32] YU T, ZHANG B F, YUAN P, et al. Optimization of mechanical performance of limestone calcined clay cement: Effects of calcination temperature of nanosized tubular halloysite, gypsum content, and water/binder ratio[J]. *Construction and Building Materials*, 2023, 389: 131709.
- [33] 盛燕萍, 扈培臻, 冀欣, 等. 粉磨时间对煤气化渣复合胶凝材料的性能影响研究[J]. *应用化工*, 2020, 49(8): 1999–2003.
- SHENG Yanping, HU Peizhen, JI Xin, et al. Study on the effect of pulverizing time on the properties of coal gasification slag composite cementitious material[J]. *Applied Chemical Industry*, 2020, 49(8): 1999–2003.
- [34] WU F, LI H. Effects of high salinity wastewater on the properties of coal gasification residue-based cementitious material[J]. *Thermal Science*, 2021, 25(6 Part A): 4161–4169.
- [35] HAN Y J, QI W Y, PANG H T, et al. A novel coal gasification coarse slag-based geopolymer: Influences of physico-chemical coupling activation on its properties, microstructure, and hazardous material immobilization[J]. *Construction and Building Materials*, 2024, 420: 135591.
- [36] QU J S, ZHANG J B, LI H Q, et al. A high value utilization process for coal gasification slag: Preparation of high modulus sodium silicate by mechano-chemical synergistic activation[J]. *Science of The Total Environment*, 2021, 801: 149761.
- [37] QI W Y, REN Q S, ZHAO Q X, et al. Effectiveness of soda residue-activated GGBS as alternative binder on compressive strength and workability of cemented paste backfills: Reuse of multi-source solid wastes[J]. *Construction and Building Materials*, 2022, 348: 128594.
- [38] KIM G W, OH T, LEE S K, et al. Development of Ca-rich slag-based ultra-high-performance fiber-reinforced geopolymer concrete (UHP-FRGC): Effect of sand-to-binder ratio[J]. *Construction and Building Materials*, 2023, 370: 130630.
- [39] WEI H, LIU Y Y, LI J, et al. Characterizing fatigue damage evolution in asphalt mixtures using acoustic emission and Gaussian mixture model analysis[J]. *Construction and Building Materials*, 2023, 409: 133973.
- [40] CHEN G, YAO N, YE Y C, et al. Study on the settlement and delamination mechanism and acoustic emission characteristics of mixed aggregate cemented backfill[J]. *Construction and Building Materials*, 2023, 408: 133635.
- [41] YE C, XIE H, WU F, et al. Asymmetric failure mechanisms of anisotropic shale under direct shear[J]. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 2024, 183: 105941.
- [42] PANG H T, QI W Y, HUANG Y L, et al. Damage evolution of coal gasification slag based backfill by acoustic emission and Gaussian mixed moving average filtering method[J]. *Construction and Building Materials*, 2024, 439: 137321.