

基于响应面法的煤矸石胶结充填体抗压强度试验研究

张伟刚¹, 邱跃琴^{1,2,3}, 郭延庆¹, 刘萍^{1,2}

1. 贵州大学 矿业学院, 贵州 贵阳 550025;
2. 贵州大学 贵州省非金属矿产资源综合利用重点实验室, 贵州 贵阳 550025;
3. 喀斯特地区优势矿产资源高效利用国家地方联合工程实验室, 贵州 贵阳 550025

中图分类号: TD849.5 文献标识码: A 文章编号: 1001-0076(2022)06-0036-09
DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2022.06.005

摘要 煤矸石胶结充填可有效控制煤矿开采造成的地表沉陷, 减少环境破坏。为研究细矸率、水泥掺量和料浆质量浓度对充填体抗压强度的影响规律, 优化充填材料配比, 在单因素试验基础上采用响应面法设计 3 因素 17 组配比试验, 构建响应面回归模型并计算优化配比, 为工程上获得合理充填材料配比提供科学方法。研究表明: 单因素对充填体抗压强度的影响大小依次为料浆质量浓度、水泥掺量、细矸率; 细矸率和料浆质量浓度交互作用对充填体早期抗压强度影响较小, 水泥掺量和料浆质量浓度交互作用对充填体中后期抗压强度影响最大; 为满足充填强度要求(一般 ≥ 5.0 MPa), 经模型优化确定充填料浆最佳配比为 $m(\text{煤矸石}):m(\text{粉煤灰}):m(\text{水泥}):m(\text{水})=50\%:22\%:8\%:20\%$, 细矸率为 52% 时, 充填体 28 d 抗压强度为 5.07 MPa, 验证试验误差范围在 2% 左右, 模型精准可靠; 水泥水化生成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 激发粉煤灰和煤矸石活性物质生成钙矾石(Aft)和水化硅酸钙(C-S-H)凝胶, 随着龄期不断增长对胶凝体系起到了良好的连接作用, 网状结构更加稳定, 能有效提高充填体抗压强度。

关键词 胶结充填; 响应面法; 抗压强度; 煤矸石; 粉煤灰; 水泥; 水化机理

引言

我国煤矸石累计堆存已超过 70 亿 t, 占地面积约 70 km², 并以每年 3.0~3.5 亿 t 的速度增长, 占工业废弃物总量的 40% 以上^[1]。随着矸石排放量逐年递增, 大量堆积造成对土地资源的破坏与占用, 矸石山中的细小固体颗粒会随风形成沙尘, 污染环境^[2]。煤炭开采中对生态、地表造成严重破坏, 采空区地面沉陷严重, 地面建筑物受损, 这些问题严重制约煤炭资源高效开采与生态环境保护可持续发展^[3]。矸石充填开采技术是一种环境友好型绿色开采技术, 既能够解决地面煤矸石、粉煤灰等大量堆积、污染环境等问题, 还能够减少上覆岩层的移动、有效控制地表沉陷, 为煤矿企业从煤矿开采中带来经济效益和环境效益, 在“三下”压煤开采中得到广泛推广, 具有良好的应用前景^[4-5]。

胶凝材料选取、充填材料配比参数优化对采空区充填力学性能稳定性有很大影响, 对有效控制地表沉陷至关重要。粉煤灰是燃煤火力发电过程中产生的固体废渣, 含有大量活性物质, 广泛应用于建材、混凝

土、水泥、农业、采空区充填等方面^[6]。Yin 等人^[7]通过室内试验, 分析了碱渣对矸石胶结充填材料性能的影响; 段园园^[8]在对煤矸石、粉煤灰理化性质分析基础上通过多组单因素对比试验确定了成本较低的充填材料最优配比, 28 d 抗压强度达到 5.0 MPa 以上, 满足充填要求; Sun 等人^[9]基于充填体微观结构分析研究了水灰比、风积沙含量、粉煤灰含量和硅酸盐水泥含量对风积沙 CPB(膏体充填)早期力学强度的影响; 郭晓彦^[10]对充填材料配比研究表明, 硅酸盐水泥掺量对基体强度影响最大, 不同级配矸石对充填体的强度有很大影响。目前, 对充填体力学性能研究多见于通过充填材料单因素试验对强度变化的影响, 而考察多因素之间交互作用对充填体强度的影响报道较少。

采用响应面法能够以三维响应曲面直观分析单因素和复合因素交互作用对目标值影响规律, 综合方差分析和拟合回归方程对试验值和响应目标值进行优化获得最佳组合配比^[11-12]。本试验基于响应面分析法以煤矸石为骨料, 以水泥和粉煤灰为胶凝材料, 研究水泥、料浆质量浓度和细矸率(煤矸石中细骨料占

收稿日期: 2022-07-21

基金项目: 贵州省科技计划项目(黔科合基础[2020]1Z047)

作者简介: 张伟刚(1995—), 男, 甘肃白银人, 硕士研究生, 主要从事矿产资源开发与利用, E-mail: 643834724@qq.com。

通信作者: 邱跃琴(1974—), 女, 贵州福泉人, 副教授, 硕士研究生导师, 主要研究方向为矿物材料加工与利用, E-mail: 631958848@qq.com。

比)充填体系多因素交互作用对各养护龄期内充填体强度的显著性影响,并通过验证试验得出充填体最佳配比。采用 SEM、EDS 及 XRD 等手段探究充填材料水化产物及微观机理。

1 试验材料与研究方法

1.1 试验材料

试验所用煤矸石取自贵州六盘水某煤矿,粉煤灰取自贵州某火力发电厂,水泥(P.O42.5R)为市售普通硅酸盐水泥。根据充填骨料级配 i 法理论^[13]和前期探索试验将煤矸石破碎筛分至-5 mm 为细骨料,+5 mm 为粗骨料,煤矸石的粒度分析结果列于表 1 中。根据 X 射线荧光光谱分析仪(XRF)分析可知,该煤矸石中主要化学成分 SiO₂、Al₂O₃ 含量分别为 48.14%、19.42%,化学性质稳定,有利于用作充填材料,煤矸石、粉煤灰

和水泥的主要化学成分见表 2。X 射线衍射仪(XRD)分析结果(图 1a)以及 XRF 表明粉煤灰中 SiO₂、Al₂O₃ 等活性物质在碱性环境中能被激发有助于提高胶结充填体的强度,可作为胶凝材料替代一定量水泥。

表 1 煤矸石粒度分级
Table 1 Granularity classification of coal gangue

粒径/mm	<3	3-5	5-8	8-15	>15
占比/%	22.50	22.50	25.00	20.00	10.00

表 2 充填材料的化学成分
Table 2 Chemical composition of filling materials

材料	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	其他
煤矸石	48.14	19.42	14.64	6.74	2.35	0.73	8.00
粉煤灰	48.58	19.59	16.45	4.37	1.50	2.82	6.70
水泥	17.67	4.25	3.84	65.22	2.22	4.27	2.54

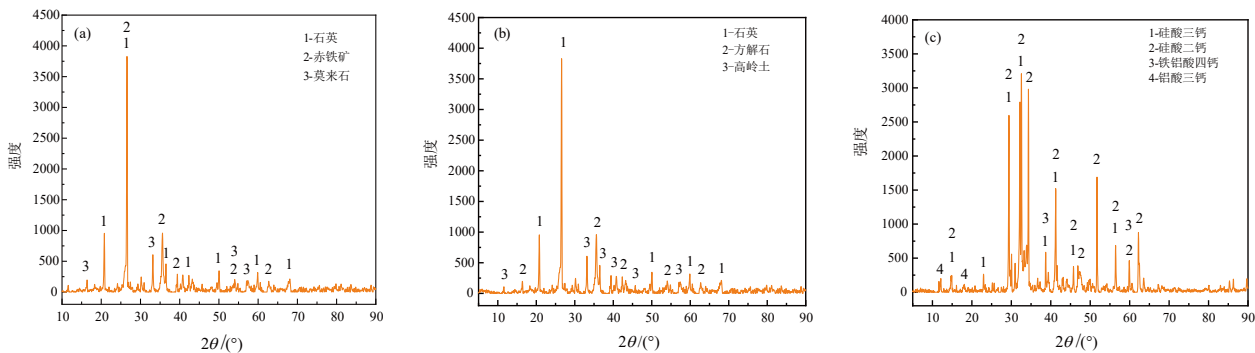


图 1 (a)粉煤灰、(b)煤矸石和(c)水泥 XRD 光谱
Fig. 1 XRD spectrum of (a) fly ash, (b) coal gangue and (c) cement

1.2 试验研究方法

1.2.1 充填体试块制备

以煤矸石为骨料配制充填料浆,注入规格为 70.7 mm×70.7 mm×70.7 mm 三联立方模具中,静置 24 h 后脱模,置于恒温恒湿标准养护箱,养护龄期为 3 d、7 d 和 28 d。参照《水泥胶砂强度检验方法》(GB/T 17671—2021)进行试块制备及养护,采用 YAW-3000B 型强度试验机测试各养护龄期试块的单轴抗压强度。

1.2.2 充填材料单因素试验

充填料浆中固定煤矸石掺量为 50%(质量分数,下同),测定水泥掺量从 4% 增至 12%,细矸率从 35% 增至 55%,料浆质量浓度从 76% 增至 82% 时,单因素对充填体 3 d、7 d 和 28 d 抗压强度影响规律。

1.2.3 充填材料配比优化设计

根据单因素试验结果可知,料浆质量浓度在 76%~80%、水泥掺量在 4%~12% 以及细矸率在 35%~55%

之间变化时,胶凝材料具有良好的输送性能,后期强度增长明显。基于响应面法采用 Design-expert 软件 Box-Behnken 模块对单因素试验结果进行拟合,因素编码与水平值列于表 3。将水泥掺量、细矸率和料浆质量浓度作为自变量,分别用 A、B、C 表示,各龄期充填体的抗压强度作为响应值,用 Y_{3d}、Y_{7d}、Y_{28d} 进行表示,预测值用 Y_{3d}^{*}、Y_{7d}^{*}、Y_{28d}^{*} 进行表示。

表 3 试验设计因素与水平编码值
Table 3 Experimental design factors and horizontal coding values

影响因素	水平编码值		
	-1	0	1
水泥掺量 A/%	4	8	12
细矸率 B/%	35	45	55
料浆质量浓度 C/%	76	78	80

1.2.4 胶凝材料水化机理分析

为分析影响充填体抗压强度的主要物质和原因,

对响应面优化配比下的充填体 3 d、7 d 及 28 d 试块敲碎选取中心位置取样, 浸入无水乙醇浸泡 48 h 终止水化, 在 50 ℃ 烘箱中干燥 12 h, 通过研磨一部分干燥试样制备细粉末试样采用 XRD 分析各龄期充填体物相组成及水化产物分析; 取部分较平整断面样品通过 SEM 和 EDS 对界面形貌和化学元素进行定性分析, 探究各龄期充填体强度微观作用机理。

2 结果与讨论

2.1 充填材料配比单因素试验

水泥作为胶凝材料对充填体强度以及充填成本有很大影响。图 2(a) 为细研率 45%、料浆质量浓度 80% 时, 水泥掺量对不同龄期充填体抗压强度的影响。

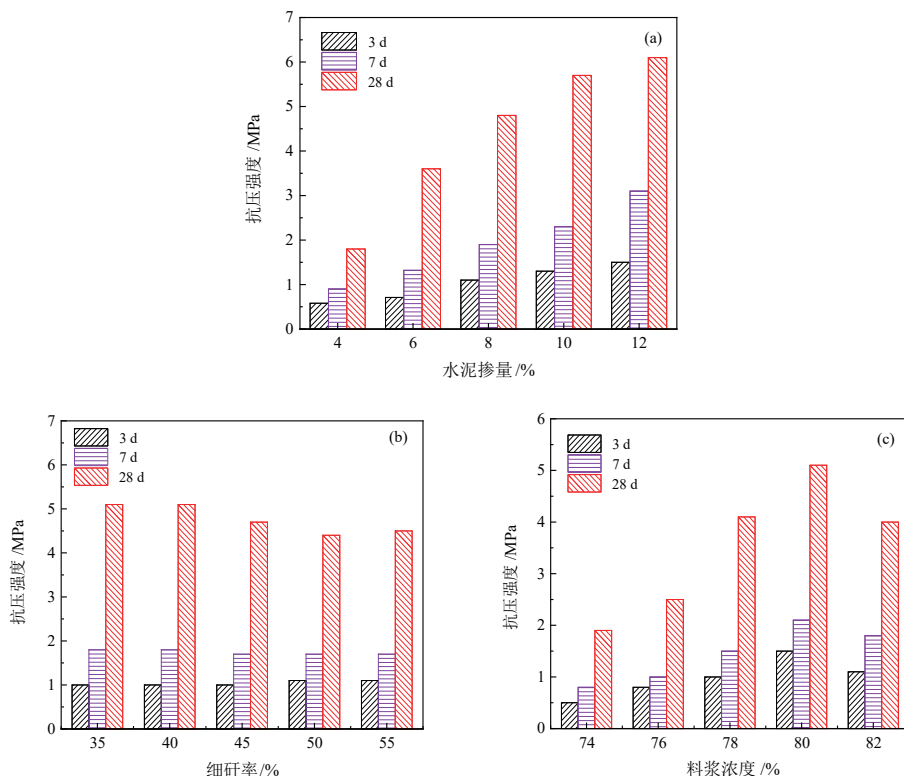


图 2 不同因素对充填体 3 d、7 d 和 28 d 抗压强度的影响

Fig. 2 Influence of different factors on 3 d, 7 d and 28 d compressive strength of backfill

当水泥掺量和细研率一定时, 料浆质量浓度是影响浆体输送性能以及后期充填体强度增长的主要因素。图 2(c) 为水泥掺量 8%、细研率 45% 时, 料浆质量浓度对不同龄期充填体抗压强度的影响。由图可知, 料浆质量浓度小于 80% 时充填体抗压强度随料浆质量浓度增大逐渐增大, 基体黏度增大, 粗骨料矽石的沉降率降低, 后期强度增加, 但是当浓度超过 80% 时基体游离水的减少会抑制水化反应的进行, 强度降低。从前后期强度角度考虑选择料浆质量浓度为 80% 更佳。

由图可知, 水泥掺量越大充填体各龄期强度越大。这主要是因为水泥水化反应能够激发矽石与粉煤灰中的活性物质, 生成钙矾石充填于基体内部, 可提高充填体强度。考虑充填性能及经济成本确定水泥掺量为 8%。

合理的骨料级配对充填体的力学特性和浆体流变特性至关重要。图 2(b) 为水泥掺量 8%、料浆质量浓度 80% 时, 细研率对不同龄期充填体抗压强度的影响。由图可知, 水化前期随着细研率增加, 充填体强度有小幅增大, 后期强度下降, 主要原因是细研率增加, 吸附体系中游离水, 导致水化反应速率减慢, 粗矽石较少, 对基体支撑作用变弱, 强度降低。综合细研率对充填体前后期强度的影响确定细研率为 45% 时最优。

2.2 充填材料配比优化试验

各龄期充填试块抗压强度试验值与预测值如表 4 所示。

将试验数据进行多元回归拟合, 建立该模型自变量与因变量之间的函数关系^[14]:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i X_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \beta_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

式中: Y 为响应值; β_0 为常数项; β_i 、 β_{ii} 、 β_{ij} 为回归系数; X_i 、 X_j 为自变量; n 为因素数量。

对数据拟合得到各龄期充填体的抗压强度模型

表 4 抗压强度试验值与预测值

Table 4 Compressive strength test value and predicted value

编号	编码值			试验强度/MPa			预测强度/MPa		
	A	B	C	Y_{3d}	Y_{7d}	Y_{28d}	Y_{3d}^*	Y_{7d}^*	Y_{28d}^*
1	-1	0	1	0.8	1.2	2.2	0.80	1.28	2.25
2	-1	0	-1	0.5	0.9	1.7	0.46	0.78	1.37
3	-1	1	0	0.7	0.9	1.5	0.71	0.90	1.81
4	-1	-1	0	0.6	0.8	1.5	0.65	0.85	1.46
5	0	-1	-1	0.6	0.9	2.8	0.65	0.90	2.81
6	0	1	-1	0.7	1	2.5	0.71	1.13	2.86
7	0	0	0	1	1.5	4.2	0.98	1.52	4.26
8	0	0	0	1	1.5	4.2	0.98	1.52	4.26
9	0	0	0	1	1.6	4.4	0.98	1.52	4.26
10	0	0	0	1	1.5	4.3	0.98	1.52	4.30
11	0	0	0	0.9	1.5	4.2	0.98	1.52	4.26
12	0	-1	1	1	1.7	4.4	0.98	1.58	4.26
13	0	1	1	1.2	1.8	5.1	1.16	1.73	5.09
14	1	-1	0	1.3	1.4	4.2	1.29	1.33	4.26
15	1	0	1	1.5	1.9	6.1	1.54	2.02	6.43
16	1	1	0	1.4	1.7	5.7	1.41	1.65	5.39
17	1	0	-1	1.2	1.4	3.6	1.15	1.40	3.55

如式 (2)~(4) 所示:

$$Y_{3d} = -83.55187 + 0.015A - 0.044B + 2.085C - 9.36751 \times 10^{-18} AB - 6.48353 \times 10^{-17} AC + 1.25 \times 10^{-3} BC + 4.53125 \times 10^{-3} A^2 - 5.25 \times 10^{-4} B^2 - 0.013125C^2 \quad (2)$$

$$Y_{7d} = -25.9075 - 0.3025A + 0.1415B + 0.49C + 1.25 \times 10^{-3} AB + 6.25 \times 10^{-3} AC + 3.92308 \times 10^{-16} BC - 0.01A^2 - 1.6 \times 10^{-3} B^2 - 2.5 \times 10^{-3} C^2 \quad (3)$$

$$Y_{28d} = -208.5475 - 4.195A - 0.4405B + 5.62C + 9.375 \times 10^{-3} AB - 0.0625AC + 8.75 \times 10^{-3} BC - 0.044063A^2 - 3.3 \times 10^{-3} B^2 - 0.03875C^2 \quad (4)$$

2.2.1 响应面模型可信度分析

对各龄期回归拟合模型进行方差分析, 结果如表 5 所示。

拟合模型中 F 值越大, P 值越小, 表明模型越显著, 可信度高^[15]。由表 4 和表 5 可知, 方差分析 P 值均小于 0.001, 各龄期试验值与预测值接近, 表明各模型拟合回归较好。图 3 为各养护龄期充填体抗压强度实际值与预测值比较结果, 测试值与预测值集中均匀分布于 $y=x$ 直线附近, 表明此模型具有较高精度, 可用于优化充填体早期及后期抗压强度分析和预测。

2.2.2 响应面交互作用对充填体强度的影响

结合表 5 中回归模型方差分析结果, 各龄期充填体抗压强度不仅受水泥掺量、细矸率和料浆质量浓度单一因素影响, 还受因素间交互作用的影响。图 4(a) 为料浆质量浓度为 80% 时, 细矸率和水泥交互作用对

充填体 3 d 抗压强度的影响。当细矸率较低、水泥掺量由 4% 增加到 12% 时, 充填体 3 d 抗压强度提高了 54%。当水泥含量一定时, 充填体抗压强度随着细矸率的增大先增大后减小, 在细矸率为 52% 时抗压强度值达到最大, 相比于细矸率为 35% 时, 充填体抗压强度提高了 14%, 细矸率增加导致骨料空间减小, 在早期胶凝材料水化反应不完全, 强度有所下降。随着水化反应持续进行, 水泥含量增加导致水化产物增多, 强度增加。因此, 二者交互作用对充填体 3 d 强度的影响显著。图 4(b) 为水泥掺量 8% 时, 料浆质量浓度与细矸率对充填体 7 d 抗压强度的影响。由图可直观看出, 随着细矸率增加引起矸石比表面积变大, 起支撑作用的粗骨料矸石颗粒减少, 7 d 抗压强度增长缓慢。水化初期, AFt 晶体和 C-S-H 胶凝填充内部空隙, 将松散的骨料颗粒交错黏结成整体, 为充填体提供一定的早期强度。因此, 料浆质量浓度与细矸率的交互作用对充填体 7 d 强度的影响更大。从图 4(c) 可知, 当水泥掺量较低时, 随着料浆质量浓度从 76% 增加到 80%, 充填体 28 d 抗压强度提高了 25%; 当料浆浓度较低时, 水泥掺量由 4% 增加到 8%, 充填体 28 d 抗压强度呈增长趋势, 提高了 57.1%。由表 5 方差分析可知, 充填体 28 d 回归模型中 AC 的 F 值最大, 表明水泥掺量和料浆质量浓度对 28 d 充填体抗压强度影响最显著。水分子在体系中包裹水泥和粉煤灰颗粒, 使它们之间形成一层润滑层, 具有一定流动性, 易充填在矸石骨料孔隙中充分发挥水泥后期胶凝能力。因

表 5 回归模型方差分析结果

Table 5 Regression model variance analysis results

养护龄期/d	变异来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	备注
3	模型	1.34	9	0.15	50.78	<0.000 1	Significant
	A	0.98	1	0.98	334.63	<0.000 1	
	B	0.031	1	0.031	10.67	0.013 7	
	C	0.28	1	0.28	96.04	<0.000 1	
	AB	0.00	1	0.00	0.00	1.00	
	AC	0.00	1	0.00	0.00	1.00	
	BC	2.5×10 ⁻³	1	2.5×10 ⁻³	0.85	0.386 3	
	A ²	0.022	1	0.022	7.56	0.028 5	
	B ²	0.012	1	0.012	3.96	0.086 8	
	C ²	0.012	1	0.012	3.96	0.086 8	
	残差	8.0×10 ⁻³	4	2.0×10 ⁻³	—	—	
	失拟项	0.013	3	4.6×10 ⁻³	2.08	0.245 1	Not significant
	变异来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	备注
7	模型	1.86	9	0.21	14.77	0.000 9	Significant
	A	0.85	1	0.85	60.36	0.000 1	
	B	0.045	1	0.045	3.21	0.116 1	
	C	0.72	1	0.72	51.43	0.000 2	
	AB	0.01	1	0.01	0.20	0.426 0	
	AC	0.01	1	0.01	3.20	0.426 0	
	BC	2.2×10 ⁻¹⁶	1	2.2×10 ⁻¹⁶	0.20	1.000 0	
	A ²	0.11	1	0.11	35.58	0.027 5	
	B ²	0.11	1	0.11	7.58	0.027 5	
	C ²	4.21×10 ⁻⁴	1	4.21×10 ⁻⁴	10.32	0.867 2	
	残差	8.0×10 ⁻³	4	2.0×10 ⁻³	—	—	
	失拟项	0.090	3	0.03	4.50	0.012 1	Not significant
	变异来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	备注
28	模型	32.05	9	3.56	35.13	<0.000 1	Significant
	A	20.16	1	20.16	198.91	<0.000 1	
	B	0.32	1	0.32	3.16	0.118 8	
	C	7.03	1	7.03	69.37	<0.000 1	
	AB	0.56	1	0.56	5.55	0.050 7	
	AC	1.00	1	1.00	9.87	0.016 4	
	BC	0.12	1	0.12	1.21	0.308 0	
	A ²	2.09	1	2.09	20.65	0.002 7	
	B ²	0.46	1	0.46	4.52	0.071 0	
	C ²	0.10	1	0.10	1.00	0.351 1	
	残差	0.032	4	8.0×10 ⁻³	—	—	
	失拟项	0.68	3	0.23	28.23	0.003 8	Not significant
	变异来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	备注

注：1) *P*为回归方程拒绝原假设的值；2) *F*为检验回归模型显著性的参数。

此,料浆质量浓度与水泥的交互作用对充填体 28 d 强

度的影响更为显著。

2.2.3 多目标优化与模型验证

利用 Design-expert 软件 Numencial 功能优化自变

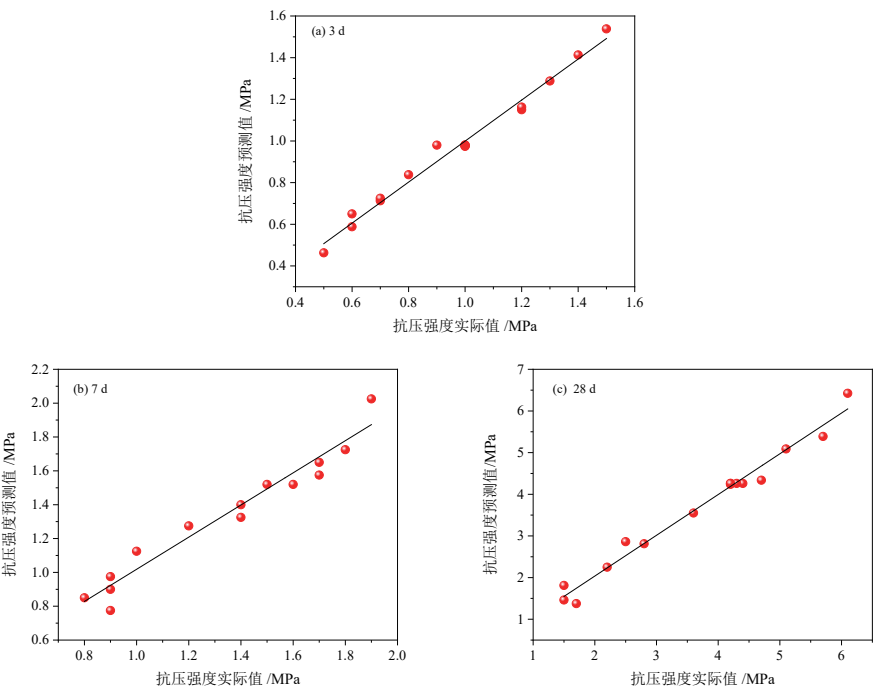


图 3 充填体 3 d、7 d、28 d 抗压强度实际值与预测值对比
Fig. 3 Comparison between actual and predicted compressive strength values of filling body at 3 d, 7 d and 28 d

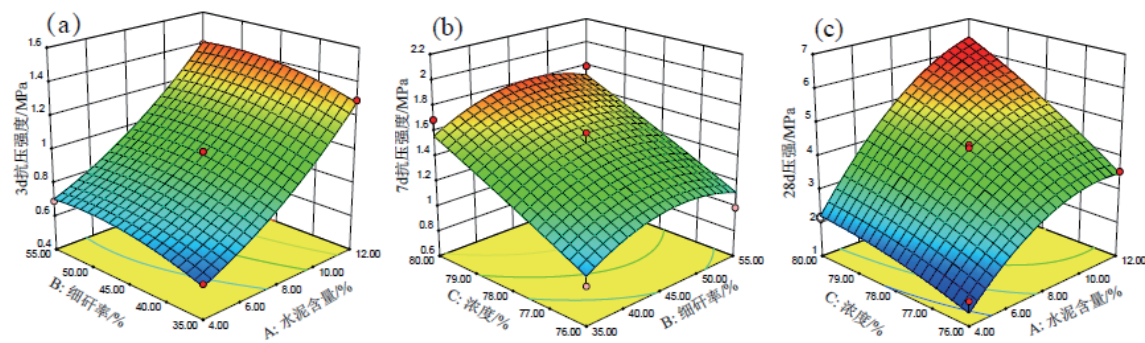


图 4 各龄期充填体抗压强度响应曲面图
Fig. 4 Response surface diagram of compressive strength of backfill at each age

量参数为: 水泥掺量 7.86%, 细研率 51.56%, 料浆质量浓度 79.99%, 模型分析最优条件下 3 d、7 d 和 28 d 充填体抗压强度分别为 1.14 MPa、1.81 MPa 和 5.06 MPa。在实际试验中选择水泥掺量 8%、细研率 52%、料浆质量浓度 80% 开展 3 组验证试验, 结果见表 6。

由表 6 可知, 充填体抗压强度试验值与响应面预测值误差范围在 2% 左右, 说明此响应面模型可以对充填材料配比进行优化。

表 6 优化模型验证试验结果比较
Table 6 Optimization model validation test results ratio

龄期	3 d	7 d	28 d
预测值/MPa	1.14	1.81	5.06
实测值/MPa	1.1	1.6	5.0
	1.1	1.8	5.1
	1.2	1.9	5.1
平均值/MPa	1.13	1.77	5.07
误差/%	0.8%	2.34%	0.14 %

2.3 胶凝材料水化机理探究

2.3.1 胶凝材料水化产物 XRD 衍射分析

图 5 为响应面最优配比条件下充填体 3 d、7 d 和 28 d 水化产物 XRD 图, 从图可知, 随着龄期增长, C_2S 和 C_3S 的峰值强度降低, AFt 峰值强度增强, 主要原因是水泥水化反应使体系消耗 C_2S 和 C_3S 水化生成 $C-S-H$ 胶凝和 $Ca(OH)_2$, 随着龄期增加衍射峰更加尖锐, 结晶程度增强, 胶凝性物质含量增加, 基体结构更加紧密, 充填体后期强度增加。

2.3.2 胶凝材料水化产物微观形貌及定性分析

通过响应面最优配比下 3 d、7 d 和 28 d 充填体试块水化产物 SEM 和 EDS 测试图谱(图 6~图 8)分析可知, 水化初期均有 AFt 和 $C-S-H$ 胶凝生成, 主要以少量针状和絮状形态存在, 相互交错, 紧密充填于颗

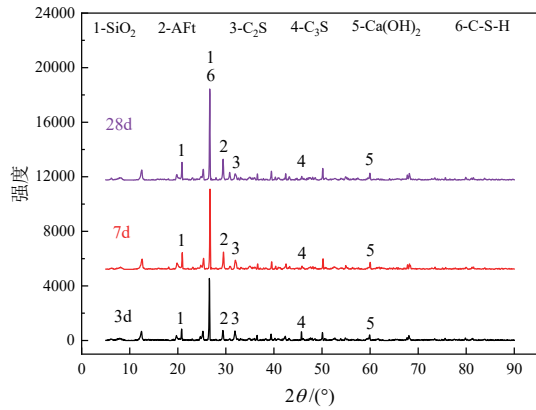


图5 3 d、7 d 和 28 d 水化产物 XRD 光谱

Fig. 5 XRD spectrum of hydration products at 3 d, 7 d and 28 d

粒空隙之间,但空隙较多且结构稀松。EDS 测试该针状产物主要含有 Ca、Al、S、O、Si 等元素,判定是 AFt 晶体。随着养护龄期增加,体系中水化产物增加,除了针状产物生成外还有大量白色絮状物质生成,通过 EDS 测试为 C-S-H, AFt 晶体生长在 C-S-H 凝胶表面和空隙之中,大量团聚状结构形成,空隙减小,水化产物结晶生长更好,形成更稳定的网状结构,因此后期强度更高。通过响应面配比最优条件下不同龄期充填体试块抗压强度值对比表明,随着龄期增长,水化产物增多,后期强度增长显著。

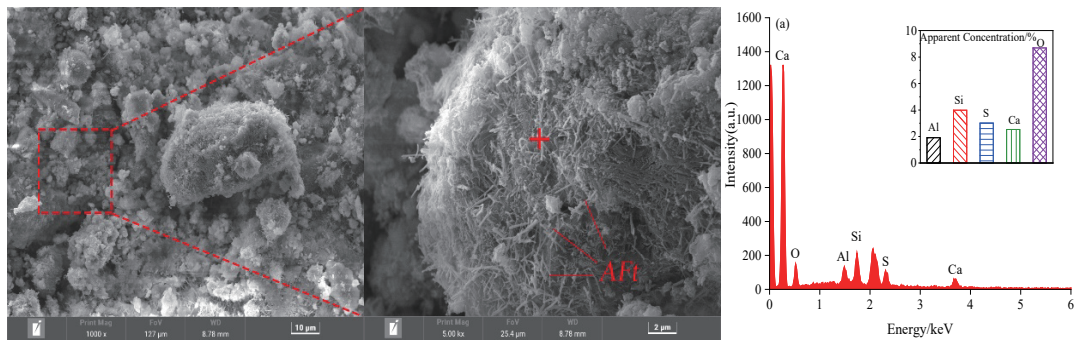


图6 3 d 时充填体水化产物 SEM 及 EDS 图谱

Fig. 6 SEM and EDS spectra of hydration products of backfill at 3 d

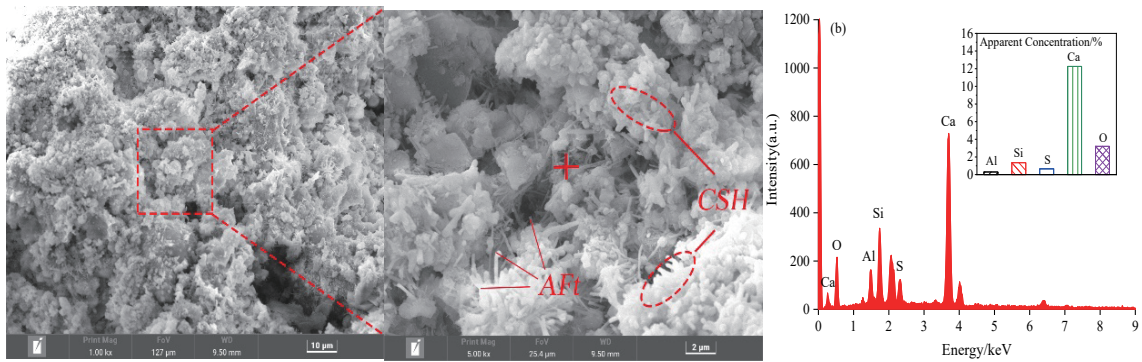


图7 7 d 时充填体水化产物 SEM 及 EDS 图谱

Fig. 7 SEM and EDS spectra of hydration products of backfill at 7 d

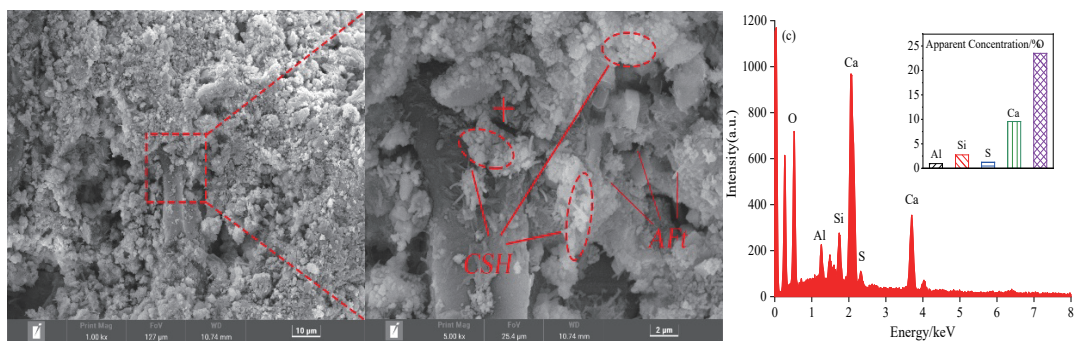


图8 28 d 时充填体水化产物 SEM 及 EDS 图谱

Fig. 8 SEM and EDS spectra of hydration products of backfill at 28 d

3 结论

(1) 响应面模型能较准确预测试验结果,通过回归拟合和方差分析得出细矸率对充填体早期强度影响较小,水泥和料浆质量浓度对充填体中后期影响最大。

(2) 基于充填成本和充填要求,利用拟合模型对充填材料配比参数优化为:水泥掺量 7.86%,细矸率 51.56%,料浆质量浓度 79.99%,实际试验中得到料浆最佳配比为 $m(\text{煤矸石}):m(\text{粉煤灰}):m(\text{水泥}):m(\text{水})=50\%:22\%:8\%:20\%$,28 d 强度达到 5.07 MPa。试验验证误差在 2.5% 范围内,可用于对充填材料配比进行优化。

(3) 水化产物 XRD、SEM 及 EDS 测试表明,充填体水化产物 AFt 和 C-S-H 凝胶增加能够相互交错将骨料紧密黏结,有效提高充填体抗压强度。

参考文献:

- [1] 金会心,吴复忠,朱明燕,等.贵州六盘水煤矸石的矿物特性[J].过程工程学报,2014,14(1):151-156.
JIN H X, WU F Z, ZHU M Y, et al. Mineral properties of coal gangue in Liupanshui, Guizhou[J]. Journal of process engineering, 2014, 14(1): 151-156.
- [2] BELL F G, STACEY T R, GENSKE D D. Mining subsidence and its effect on the environment: some differing examples[J]. Environmental Geology, 2000, 40(1): 135-152.
- [3] 张博,彭苏萍,王佟,等.构建煤炭资源强国的战略路径与对策研究[J].中国工程科学,2019,21(1):88-96.
ZHANG B, PENG S P, WANG T, et al. Research on the strategic path and Countermeasures of building a coal resource power[J]. China Engineering Science, 2019, 21(1): 88-96.
- [4] 吴爱祥,杨莹,程海勇,等.中国膏体技术发展现状与趋势[J].工程科学学报,2018,40(5):517-525.
WU A X, YANG Y, CHENG H Y, et al. Development status and trend of paste technology in China[J]. Journal of Engineering Science, 2018, 40(5): 517-525.
- [5] XU J, XUAN D, HE C. Innovative backfilling longwall panel layout for better subsidence control effect—separating adjacent subcritical panels with pillars[J]. International Journal of Coal Science & Technology, 2014, 1(3): 297-305.
- [6] 顾晓薇,张延年,张伟峰,等.大宗工业固废高值建材化利用研究现状与展望[J].金属矿山,2022(1):2-13.
- GU X W, ZHANG Y N, ZHANG W F, et al. Research status and prospects of high-value building materials utilization of bulk industrial solid wastes[J]. metal mines, 2022(1): 2-13.
- [7] YIN W, ZHANG K, OU Y S, et al. Study on properties of soda residue gangue backfilling materials and field measurement of surface subsidence[J]. Frontiers in Earth Science, 2021: 9.
- [8] 段圆圆.煤基固废协同利用制备采空区充填膏体试验研究[D].包头:内蒙古科技大学,2021.
DUAN Y Y. Experimental study on Preparation of Gob Filling Paste by collaborative utilization of coal-based solid waste [D]. Baotou: Inner Mongolia University of science and technology, 2021.
- [9] SUN Q, ZHANG J, ZHOU N. Early-Age Strength of Aeolian Sand-Based Cemented Backfilling Materials: Experimental Results[J]. Arabian Journal for Science & Engineering, 2017.
- [10] 郭晓彦.充填膏体性能影响因素试验研究[D].太原:太原理工大学,2013.
GUO X Y. Experimental study on factors affecting the performance of filling paste [D]. Taiyuan: Taiyuan University of technology, 2013.
- [11] 高谦,杨晓炳,温震江,等.基于RSM-BBD的混合骨料充填料浆配比优化[J].湖南大学学报(自然科学版),2019,46(6):47-55.
GAO Q, YANG X B, WEN Z J, et al. Optimization of mixture ratio of mixed aggregate filling slurry based on RSM-BBD[J]. Journal of Hunan University (Natural Science Edition), 2019, 46(6): 47-55.
- [12] 马致远,刘勇,周吉奎,等.响应曲面法优化废催化剂中微波浸出钒的工艺[J].中国有色金属学报,2019,29(6):1308-1315.
MA Z Y, LIU Y, ZHOU J K, et al. Optimization of microwave leaching process of vanadium from spent catalyst by response surface methodology[J]. Chinese Journal of nonferrous metals, 2019, 29(6): 1308-1315.
- [13] 于跃.煤矿新型胶结充填材料研发及其性能研究[D].北京:中国矿业大学,2017.
YU Y. Research and development of new cemented filling materials for coal mines and their properties [D]. Beijing: China University of mining and Technology, 2017.
- [14] 刘树龙,李公成,刘国磊,等.基于响应面法的矿渣基全固废胶凝材料配比优化[J].硅酸盐通报,2021,40(1):187-193.
LIU S L, LI G C, LIU G L, et al. Optimization of the proportion of slag based solid waste cementitious materials based on response surface methodology[J]. Silicate bulletin, 2021, 40(1): 187-193.
- [15] 温震江,杨晓炳,李立涛,等.基于RSM-BBD的全尾砂浆絮凝沉降参数选择及优化[J].中国有色金属学报,2020,30(6):1437-1445.
WEN Z J, YANG X B, LI L T, et al. Selection and optimization of flocculation settlement parameters of full tail mortar based on rsm-bbd[J]. Chinese Journal of nonferrous metals, 2020, 30(6): 1437-1445.

Experimental Study on Compressive Strength of Coal Gangue Cemented Backfill Based on Response Surface Method

ZHANG Weigang¹, QIU Yueqin^{1,2,3}, GUO Yanqing¹, LIU Ping^{1,2}

1. College of Mining, Guizhou University, Guiyang 550025, China;

2. Guizhou Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Non-metallic Mineral Resources, Guiyang 550025, Guizhou, China;

3. National & Local Joint Laboratory of Engineering for Effective Utilization of Regional Mineral Resources from Karst Areas, Guiyang 550025, Guizhou, China

Abstract: Ground subsidence caused by coal mining could be sufficiently controlled using cemented coal gangue backfilling materials. In order to study the influence of fine gangue rate, cement content and mass concentration of slurry on the compressive strength of backfilling materials and optimize mixture ratio of backfilling materials. Response surface method was used to design an experiment with 3 factors and 17 proportions based on the single factor experiment, furthermore, the response surface regression model was constructed, and the optimal ratio was calculated, which could provide a scientific method for obtaining a reasonable proportion of filling materials in industry. The results showed that the influence of single factor on the compressive strength of backfilling materials was in order of mass concentration of slurry, cement content and fine gangue rate. The influence of interactions between fine gangue rate and mass concentration of slurry on compressive strength of backfilling materials in the early stage was slight, while the influence of interactions between cement content and mass concentration of slurry on compressive strength of backfilling materials in the middle and later stages was the greatest. The optimal ratio of backfilling slurry was determined by the results of model optimization as $m(\text{coal gangue}) : m(\text{fly ash}) : m(\text{cement}) : m(\text{water}) = 50\% : 22\% : 8\% : 20\%$, and the fine gangue rate was 52%. The compressive strength of backfilling materials curing for 28 days was 5.07 MPa, and the error range of the verification test was about 2%, the model was accurate and reliable. The $\text{Ca}(\text{OH})_2$ generated by cement hydration motivates the active substances of fly ash and coal gangue and generates ettringite (Aft) and calcium silicate hydrate (C-S-H) gels. The continuous growth of curing age plays a good role in connecting the cementing system, making the network structure more stable and effectively improving the compressive strength of backfill.

Keywords: cemented filling; response surface method; compressive strength; gangue; fly ash; cement; hydration mechanism

引用格式: 张伟刚, 邱跃琴, 郭延庆, 刘萍. 基于响应面法的煤矸石胶结充填体抗压强度试验研究[J]. 矿产保护与利用, 2022, 42(6): 36–44.

ZHANG Weigang, QIU Yueqin, GUO Yanqing, LIU Ping. Experimental study on compressive strength of coal gangue cemented backfill based on response surface method[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2022, 42(6): 36–44.

投稿网址: <http://hcbh.cbpt.cnki.net>

E-mail: kcbh@chinajournal.net.cn