

УДК 622.273.212

**ХАРАКТЕР СЖАТИЯ ЦЕМЕНТНОЙ ЗАКЛАДОЧНОЙ СМЕСИ
ИЗ ХВОСТОВ ОБОГАЩЕНИЯ ПРИ РАЗНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ
И ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ЗАТВЕРДЕВАНИЯ**

Лицжуан Цуй¹, Юнянь Ван¹, Чжоюнь Юй¹, Юнган Чжан²

¹Циндайский университет науки и технологий,
E-mail: cvlizon@mails.qust.edu.cn, wangyongyan168@163.com, yzqun2007@126.com,
266061, г. Циндао, Китай

²Главная лаборатория геотехники и подземных работ Министерства образования
и департамента геотехники, Университет Тунцзы,
E-mail: demonzhangyg@tongji.edu.cn, 200092, г. Шанхай, Китай

Изучено влияние температуры и продолжительности затвердевания при измерении прочности на неограниченное сжатие (ПНС) цементной закладочной смеси. Микроструктура образцов исследована с помощью сканирующей электронной микроскопии. Показано, что ПНС линейно увеличивается с ростом температуры затвердевания в течение 3–7 сут, в промежутке 7–28 дней имеет экспоненциальную зависимость от температуры затвердевания, интенсивность роста ПНС постепенно уменьшается. С увеличением температуры и продолжительности затвердевания плотность микроструктуры растет, ПНС становится более чувствительной к изменениям продолжительности; характер разрушения образцов закладочной смеси изменяется от разрушения дроблением до разрушения растяжением. Получена формула для описания влияния температуры и времени затвердевания на ПНС.

Цементная закладочная смесь, температура затвердевания, прочность на неограниченное сжатие, продолжительность затвердевания, микроструктура

DOI: 10.15372/FTPRPI20210405

Хвосты обогащения — твердый материал, оставшийся после извлечения металлов и минералов из добытой руды. Согласно докладу о сохранении и использовании минеральных ресурсов в Китае, производство хвостов обогащения в 2018 г. составило 1.211 млрд т, доля их использования — 27.69% (335 млн т) [1]. К концу 2018 г. запасы хвостов обогащения достигли 20.7 млрд т. С помощью гидравлического оборудования пульпа хвостов обычно транспортируется на поверхность и складывается в форме хвостохранилищ, которые крайне неустойчивы и предрасположены к оползням. При землетрясениях массив хвостохранилища способен переходить в жидкое состояние, приводя его к разрушению. В 2015 г. в Бразилии произошла крупнейшая катастрофа, 50 млн м³ хвостов попали в р. Досе [2]. Зброшеные хвостохранилища представляют угрозу населению, инфраструктуре и способны нанести ущерб окружающей среде [3, 4]. Проблема использования хвостов обогащения весьма актуальна в исследованиях в области горного дела.

Основной метод использования хвостов обогащения в Китае — закладка пустых выработок для предотвращения смещений и деформаций массива горных пород. Использование цементной закладочной смеси из хвостов обогащения для закладки пустых выработок — один из эффективных способов контроля напряжений на глубине, обеспечения устойчивости выработок и безопасности выполнения работ, снижения негативного влияния горнодобывающей промышленности на окружающую среду. Большая часть золотодобывающих шахт в Китае осуществляет закладку пустых выработок, уровень использования хвостов обогащения достигает 26 %. Закладочная смесь обладает двумя функциями с точки зрения механики. Первая заключается в поддержке окружающей выработку породы, особенно при деформированной кровле выработки, вторая — в том, что смесь находится в форме самоподдерживающихся искусственных целиков в камерно-целиковой системе отработки. Таким образом, механические свойства являются наиболее важным показателем эффективности использования закладочной смеси [5]. Основные характеристики закладочного материала — прочность на сжатие и прочность на неограниченное сжатие (ПНС). Измерение ПНС относительно недорогое, быстрое и может быть легко внедрено в программы постоянного контроля качества.

Прочность на сжатие цементной закладочной смеси зависит не только от типа, содержания связующего материала, распределения частиц хвостов по размеру, массовой концентрации, соотношения воды к связующему веществу и т. д., но и от температуры и продолжительности затвердевания [6–9]. В [10–13] при изучении влияния температуры затвердевания на свойства цементированных материалов рассматривали бетон и породу. Окружающая температура в месте закладки смеси со временем изменяется из-за внешних условий. В [14, 15] отмечаются следующие факторы, влияющие на температуру при закладке выработок: глубина выработки и геологические условия; географическое расположение шахты; теплота, образованная при гидратации или транспортировке; самостоятельный нагрев породы и/или твердеющего заполнителя; теплота, образованная при сооружении элементов шахты.

В [16] изучены механические свойства цементной закладочной пасты при температуре –6, –1 и 14 °С. Обнаружено, что механические свойства, включая ПНС и отношение “напряжение–деформация”, значительно зависят от температуры затвердевания. В [17] изучено взаимное влияние содержания сульфатов и температуры на прочность цементной закладки и установлено, что независимо от содержания сульфатов, высокая температура затвердевания обеспечивает ее повышенную прочность на начальной стадии. В [18] при нагреве закладочной смеси до 120 °С пористая структура приобретает крупнозернистую форму; при нагреве от 20 до 120 °С число трещин уменьшается на 63.5 %. Влияние температуры на прочность смеси во многом определяется продолжительностью затвердевания. В настоящее время недостаточно исследований ее прочности при разной температуре и продолжительности затвердевания.

В [14] показано, что температура затвердевания влияет на расход связующего материала цементной закладочной смеси и контролируемый подвод теплоты к ней в момент приготовления может быть эффективен для его снижения. Большая продолжительность затвердевания смеси до требуемой прочности закладочного материала снижает эффективность добычи. Необходимо уменьшать продолжительность затвердевания, в связи с чем возникают вопросы. Возможно ли подвести контролируемое тепло к цементной смеси в момент ее приготовления для сокращения продолжительности затвердевания? Каким образом температура и продолжительность затвердевания влияют на характер сжатия смеси? Как выглядит соотношение между прочностью закладочной смеси, температурой и продолжительностью затвердевания? Можно ли использовать данное соотношение для прогнозирования прочности вместо экспериментов?

Цель настоящей работы — изучение совместного влияния температуры и продолжительности затвердевания на ПНС, изменение микроструктуры и характер разрушения образцов цементной закладочной смеси. Получена формула, описывающая соотношение между ПНС, температурой и прочностью затвердевания.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для приготовления цементной закладочной смеси использовались хвосты обогащения, связующий материал и вода. Хвосты обогащения получены из руды золотодобывающей шахты, расположенной в северо-восточной части провинции Шаньдун (Китай). Для анализа микроморфологии образцов применялась сканирующая электронная микроскопия (SEM). Поверхность частиц хвостов неравномерна и неоднородна (рис. 1). Распределение частиц образца по размеру определялось с помощью анализатора Malvern Laser Mastersizer 2000.

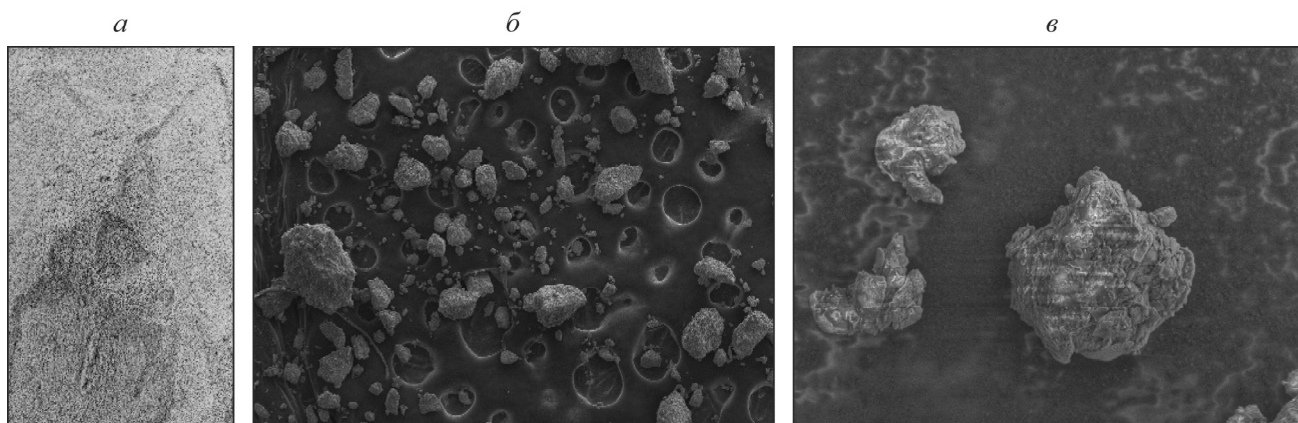


Рис. 1. Хвосты обогащения (а), SEM-изображения при увеличении в 45 (б) и 1500 раз (в)

Среднее распределение частиц хвостов по размеру представлено в табл. 1 и на рис. 2. Видно, что частицы хвостов имеют маленький размер и одинаковы по отношению друг к другу, что позволяет им эффективно передавать давление. Анализ химического состава хвостов, использованных для приготовления цементной смеси, получен с помощью рентгеновской флуоресценции. Связующий материал — цемент портленд (ОРС, РО 42.5) Распределение его частиц по размеру также показано в табл. 1 и на рис. 2.

ТАБЛИЦА 1. Химический состав и физические свойства хвостов обогащения и цемента

Химический состав, %		Физические свойства			
Хвосты		Хвосты		Цемент	
SiO ₂	64.644	Содержание влаги, %	1.400	Время начала и окончания схватывания, мин	172
Al ₂ O ₃	16.785	Содержание частиц < 20 мкм, %	71.682	Удельная поверхность, м ² /г	234
K ₂ O	5.406	<i>d</i> ₁₀ , мкм	1.600	<i>d</i> ₁₀ , мкм	0.358
Fe ₂ O ₃	4.838	<i>d</i> ₅₀ , мкм	1.440	<i>d</i> ₅₀ , мкм	6.660
CaO	2.722	<i>d</i> ₉₀ , мкм	8.108	<i>d</i> ₉₀ , мкм	33.200
SO ₃	1.721	<i>C</i> _u ¹	45.572	<i>C</i> _u ¹	81.200
MgO	1.142	<i>C</i> _c ¹	5.631	<i>C</i> _c ¹	4.985
Другие	2.742		1.002		2.038

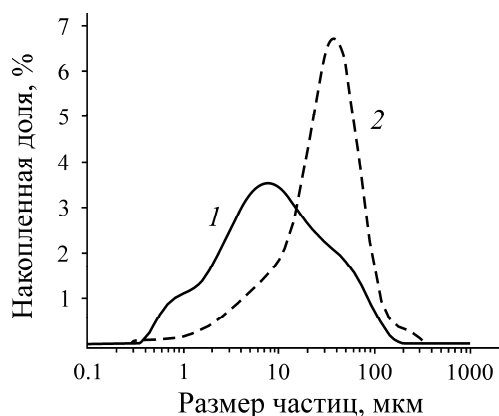


Рис. 2. Распределение частиц хвостов обогащения (1) и цемента OPC (2) по размеру

Система гидравлической закладки широко используется на шахтах Китая, добывающих металлы. Состав воды, значение pH и концентрация ионов во время приготовления и транспортировки пульпы влияют на первичное затвердевание цементной закладочной смеси. Температура воды напрямую воздействует на реакцию гидратации. На рис. 3 представлено распределение средней температуры в 2019 г. в рассматриваемой шахте. В настоящей работе для перемешивания и приготовления цементной смеси применялась чистая вода температурой 18–23 °С.

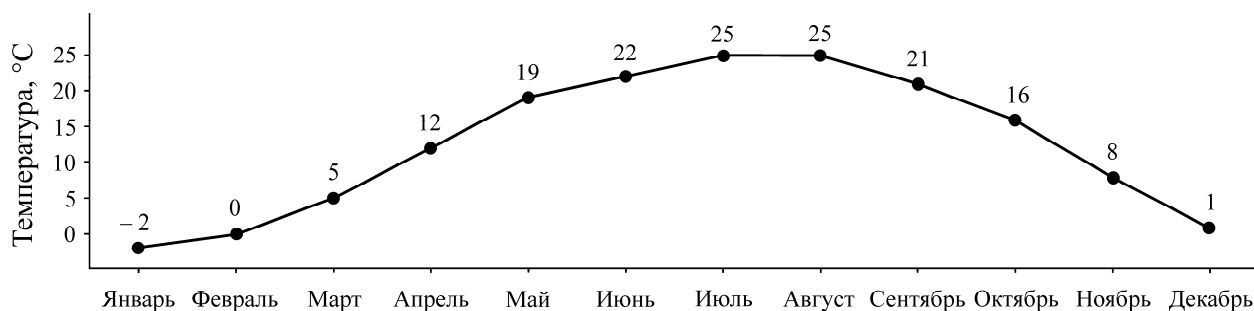


Рис. 3. Распределение температуры в шахте, расположенной в северо-восточной части провинции Шаньдун в 2019 г.

Изготовление образцов закладочной цементной смеси состоит из следующих этапов:

— *приготовление пульпы*. Закладочная смесь включала 10% цемента, соотношение воды к цементу 2.33. Хвосты обогащения, цемент и вода перемешивались до гомогенного состояния в смесителе в течение 5 мин. Во всех смесях соотношение воды к цементу и доля цемента оставались постоянными. Консистенция подготовленной смеси измерялась тестом осадки по конусу согласно стандарту ASTM C143. Ее осадка составила ~24 см, что соответствует требованиям подготовки и транспортировки в горные выработки;

— *размещение пульпы*. Пульпа размещалась в акриловые цилиндрические формы диаметром 50 мм и высотой 110 мм, соответствующая рекомендациям Международного общества по механике горных пород. Перед ее размещением внутренняя стенка формы обрабатывалась силиконовой смазкой (рис. 4а);

— *затвердевание и удаление формы*. Свежие образцы цементной смеси в формах помещались в камеру с установленной температурой и влажностью (рис. 4б). Влажность в камере превышала 95 %. Удаление формы проводилось при разных температурах спустя 24 ч;

— *затвердевание образцов*. Образцы без формы заворачивались в пластиковую упаковку и помещались в камеру с установленной температурой и влажностью. На рис. 4в показаны образцы смеси. Затвердевание образцов смеси осуществлялось на 3, 5, 7, 14, 21 и 28-е сутки при 0, 20, 40, 60 и 80 °С соответственно.



Рис. 4. Размещение пульпы (а), камера с установленной температурой и влажностью (б), образцы смеси (в): 1 — перфорированный камень; 2 — фильтрующая бумага; 3 — акриловая форма

Прочность на неограниченное сжатие измерялась с учетом рекомендаций стандарта ASTM C39 на установке TAW-200 (рис. 5). Верхняя и нижняя поверхности образцов шлифовались и обрабатывались вазелином с целью уменьшения влияния концентрации напряжений и трения между образцом и индентором на результаты измерений и характер разрушения. Все измерения проводились при постоянной скорости смещения индентора 0.2 мм/мин.

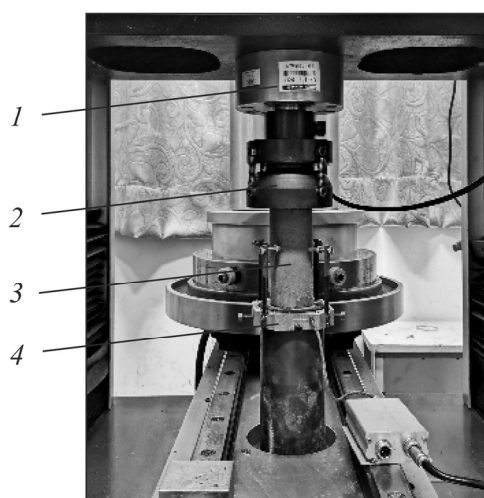


Рис. 5. Установка испытания материалов TAW-200 (а): 1 — передатчик давления; 2 — самовыравнивающаяся головка; 3 — образец цементной закладочной смеси; 4 — передатчик радиальной трансформации

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Значения прочности на неограниченное сжатие (ПНС) представлены в табл. 2. Видно, что оба фактора влияют на прочность, которая прямо пропорционально зависит от температуры и продолжительности затвердевания.

ТАБЛИЦА 2. Результаты измерения прочности на неограниченное сжатие

Продолжительность, сут	Температура, °С				
	0	20	40	60	80
3	0.143	0.545	0.885	1.163	1.575
5	0.229	0.981	1.415	1.649	2.043
7	0.437	1.356	1.771	2.174	2.732
14	0.811	1.876	2.749	3.685	3.969
21	1.246	2.281	3.976	4.532	4.963
28	1.499	2.601	4.287	5.493	5.851

На рис. 6 представлены кривые аппроксимации значений ПНС. Видно, что при температуре 0, 20, 40, 60 и 80 °С прочность на сжатие выросла в 10.5, 4.7, 4.8, 4.7 и 3.7 раза при увеличении продолжительности затвердевания от 3 до 28 сут. 28 суток разделены на стадии 3–7, 7–14, 14–21 и 21–28 сут, и на каждой из них рассчитана интенсивность роста ПНС (рис. 7). Интенсивность роста ПНС на стадии 3–7 сут имеет наибольшее значение при линейной зависимости от продолжительности. Это свидетельствует о том, что основная фаза роста ПНС происходит на ранней стадии затвердевания. При увеличении продолжительности затвердевания рост ПНС постепенно уменьшается; ПНС и продолжительность связаны экспоненциальной зависимостью

$$S = A \exp(tB) + C, \quad (1)$$

где S — ПНС; A , B , C — постоянные, зависящие от температуры затвердевания.

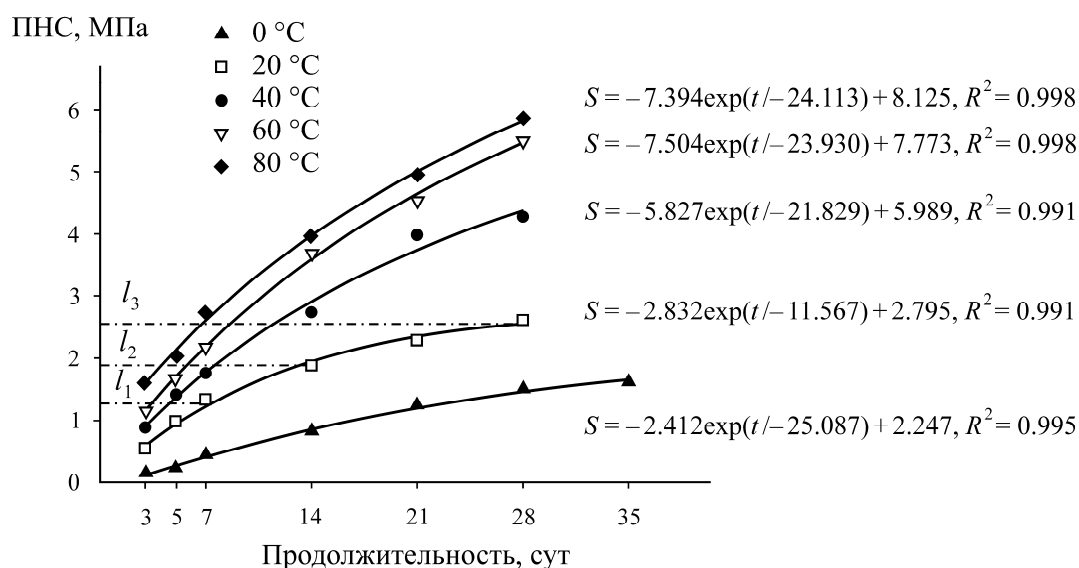


Рис. 6. Кривые аппроксимации ПНС при различных температурах в зависимости от продолжительности затвердевания

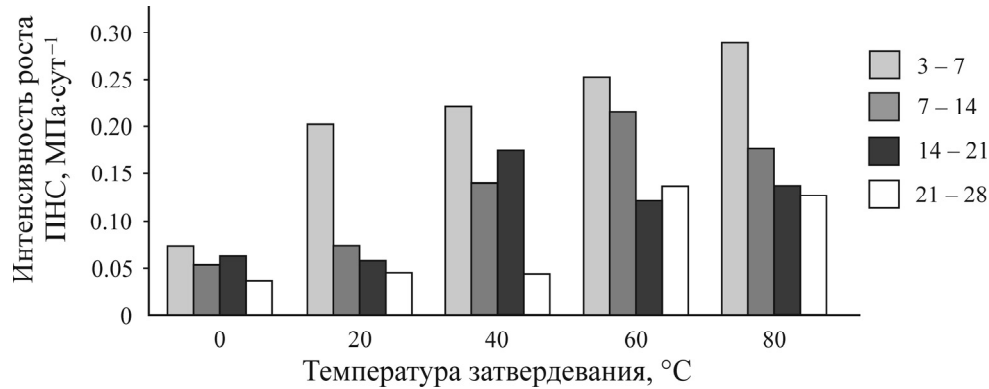


Рис. 7. Интенсивность роста ПНС на четырех стадиях продолжительности затвердевания

После перемешивания пульпы цементная закладочная смесь подвергается конденсации и упрочнению, превращаясь со временем в твердое тело. Рост ПНС при повышении продолжительности затвердевания происходит благодаря накопленным продуктам гидратации, находящимся в составе смеси. Продукты гидратации заполняют поры между частицами, связывая их друг с другом; рыхлая структура становится более уплотненной. После перемешивания смеси цементные клинкерные минералы входят в реакцию гидратации, в результате появляются продукты гидратации $\text{Ca}(\text{OH})_2$, кристаллический CH , гидрат силиката кальция C-S-H , эттрингит и т. д. Со временем рост ПНС уменьшается, что отражает скорость реакции гидратации. На ранней стадии реакции преобладает растворение и кристаллизация продуктов гидратации, благодаря чему резко увеличивается ПНС, тогда как на поздней стадии — локальное образование и кристаллизация C-S-H (ПНС увеличивается медленно). Реакция гидратации происходит на поверхности связующих частиц. На ней выделяется и связывается большое количество продуктов гидратации, что приводит к неполному их гидрированию. На поверхности образуется мембрана, замедляющая дальнейший процесс гидратации [19]. Это явление можно наблюдать с помощью электронного микроскопа. Если при увеличении продолжительности большая часть связующих частиц прошла гидратацию, то поздняя реакция гидратации будет ослабленной и замедлит рост ПНС. В испытаниях использовалось также повышенное содержание цемента в смеси (отношение цемента к хвостам обогащения 1:6). На рис. 7 показано, что при затвердевании при температуре 60 и 80 °C на стадии 21–28 сут рост ПНС еще имеет высокое значение, т. е. уменьшение содержания цемента не влияет на медленный рост ПНС на поздней стадии при температурах 0, 20 и 40 °C.

Прочность на неограниченное сжатие увеличивается с ростом температуры затвердевания (рис. 8). При 40, 60 и 80 °C она выросла на 62.4, 113.4 и 189.0% спустя трое суток по сравнению с образцом, затвердевание которого проходило при 20 °C, тогда как ПНС увеличилась на 30.60, 60.32 и 101.47% спустя 7 сут. Интенсивность роста ПНС повышается с увеличением температуры застывания, при 0 °C она наименьшая. Следовательно, повышение температуры затвердевания способно значительно ускорить реакцию гидратации и образование связей между продуктами гидратации и частицами хвостов. С одной стороны, поверхность связующих частиц покрывается мембраной из C-S-H , замедляя гидратацию, с другой — возникает разница осмотического давления внутри и снаружи мембраны.

Согласно закону Вант–Гоффа, осмотическое давление τ зависит от температуры:

$$\tau = cRT,$$

где c — молярная концентрация; R — постоянная идеального газа; T — температура.

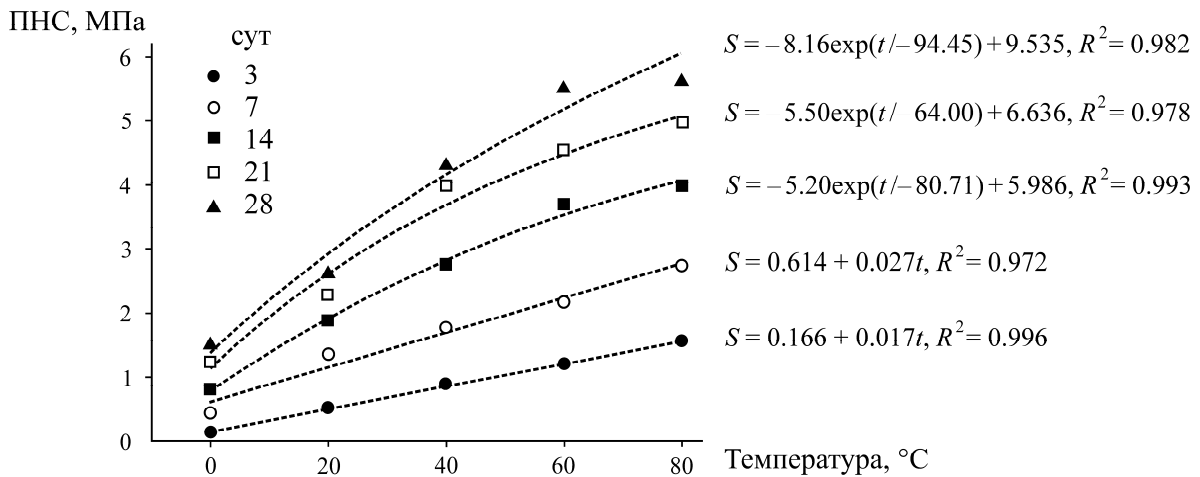


Рис. 8. Кривые аппроксимации ПНС в зависимости от температуры затвердевания

Повышение температуры затвердевания увеличивает разницу осмотического давления внутри и снаружи мембраны, что ускорит вероятность ее разрыва. При достижении значения осмотического давления, достаточного для разрыва наиболее хрупкой части мембраны, ионы солей кремниевой кислоты вступают в жидкую фазу, реагируя с Ca^{2+} , что приводит к образованию связей C–S–H. Реакция гидратации при повышении температуры также становится более интенсивной, в результате чего увеличивается скорость накопления продуктов гидратации, улучшающая адгезию между частицами хвостов. Отметим, что этрингит более устойчив при высоких температурах [20]. Таким образом, можно заключить, что при увеличении температуры затвердевания увеличивается ПНС. При температуре затвердевания 0 °C интенсивность роста ПНС на всех стадиях продолжительности почти не изменяется. Меньшая температура затвердевания замедляет процесс гидратации.

Для сравнительного анализа чувствительности ПНС к изменению температуры и продолжительности затвердевания выбраны четыре группы образцов, имеющие пропорциональные зависимости между температурой и продолжительностью затвердевания (рис. 9). Образцы группы A (20 °C и 28 сут, 40 °C и 17 сут, 80 °C и 70 сут) имеют похожую ПНС. Это свидетельствует о том, что влияние “низкой температуры – большой продолжительности” и “высокой температуры – низкой продолжительности” на ПНС примерно одинаково. При сравнении группы A с группами B, C и D видно, что ПНС образцов с низкой температурой и большой продолжительностью выше, чем ПНС образцов с высокой температурой и низкой продолжительностью. Можно утверждать, что ПНС более чувствительна к продолжительности затвердевания.

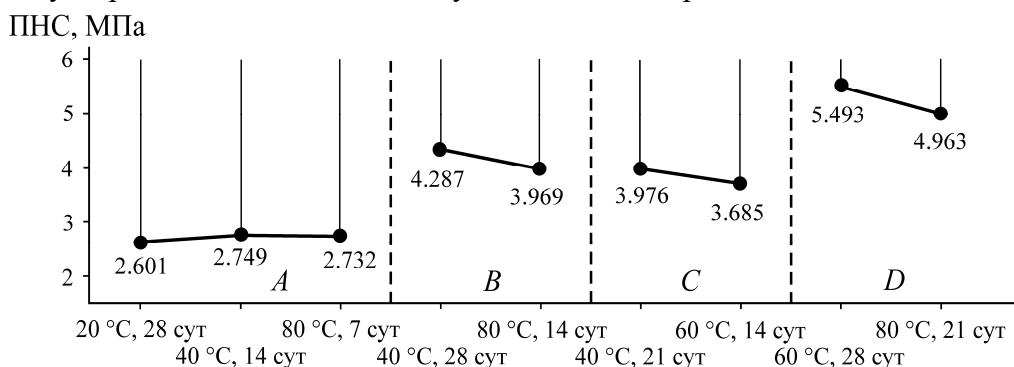


Рис. 9. Анализ чувствительности ПНС к изменению температуры и продолжительности затвердевания: A, B, C, D — группы образцов

На рис. 6 линии l_1 , l_2 , l_3 отражают ПНС затвердевания при 20 °С на протяжении 7, 14 и 28 сут, точки пересечения кривых ПНС и l_1 , l_2 , l_3 — равенство ПНС при комнатной температуре. Значения ПНС образцов 20 °С и 28 сут, 40 °С и 11 сут, 60 °С и 8.5 сут равны между собой, значения ПНС образцов 20 °С и 14 сут, 40 °С и 8 сут, 60 °С и 6 сут, а также образцов 20 °С и 7 сут, 40 °С и 4.5 сут, 60 °С и 3.5 сут тоже равны между собой. Следовательно, требуемое значение ПНС можно получить разными комбинациями факторов затвердевания.

Для дальнейшего изучения соотношения ПНС, температуры и продолжительности затвердевания параметры A , B и C из уравнения (1) представлены как функции температуры:

$$S = -(1.415 + 0.116m) \exp \left[\frac{n}{-23.921 + 0.645m - 0.012m^2} \right] + 2.542 \exp \left(\frac{m}{49.115} \right) - 0.46, \quad (2)$$

где $m = 0 - 80$ °С — температура затвердевания; $n = 3 - 28$ сут — продолжительность затвердевания.

Согласно табл. 2 и уравнению (2), построены 3D-карты (рис. 10). Уравнение (2) в общем случае описывает влияние температуры и продолжительности затвердевания на ПНС.

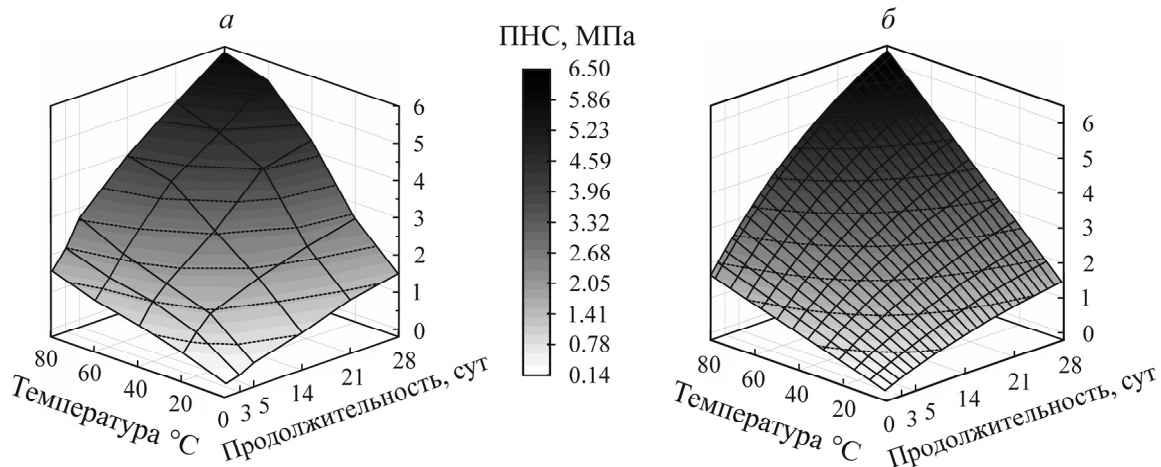


Рис. 10. 3D-карты ПНС при разной температуре и продолжительности затвердевания: a — результаты измерений; b — результаты, полученные по формуле (2)

Установлено, что более высокая температура подземных горных выработок способна влиять на раннее повышение ПНС. Однако закладка выработок и добыча — противоположные процессы. Для сокращения времени твердения закладки и получения ею требуемых свойств необходимо сократить время формирования цементной закладочной смеси заданной прочности. Чтобы сократить время простоя разработки пластов (например, требуемая прочность смеси должна образоваться за трое суток), применяется повышенное содержание цемента в смеси. Это приводит к увеличению затрат. С экономической точки зрения получение высокой интенсивности роста прочности закладочного материала на ранней стадии — актуальная задача в горнодобывающей промышленности. При увеличении глубины горных работ можно повысить температуру затвердевания смеси, тем самым сократив продолжительность затвердевания до требуемой прочности. Учитывая температуру в скважине, можно спрогнозировать прочность смеси на ранней стадии, что улучшит эффективность добычи.

На рис. 11 представлены SEM-изображения образцов закладочной смеси после 3 сут затвердевания при 0, 20, 40, 80 °С и после 28 сут затвердевания при 20 °С соответственно.

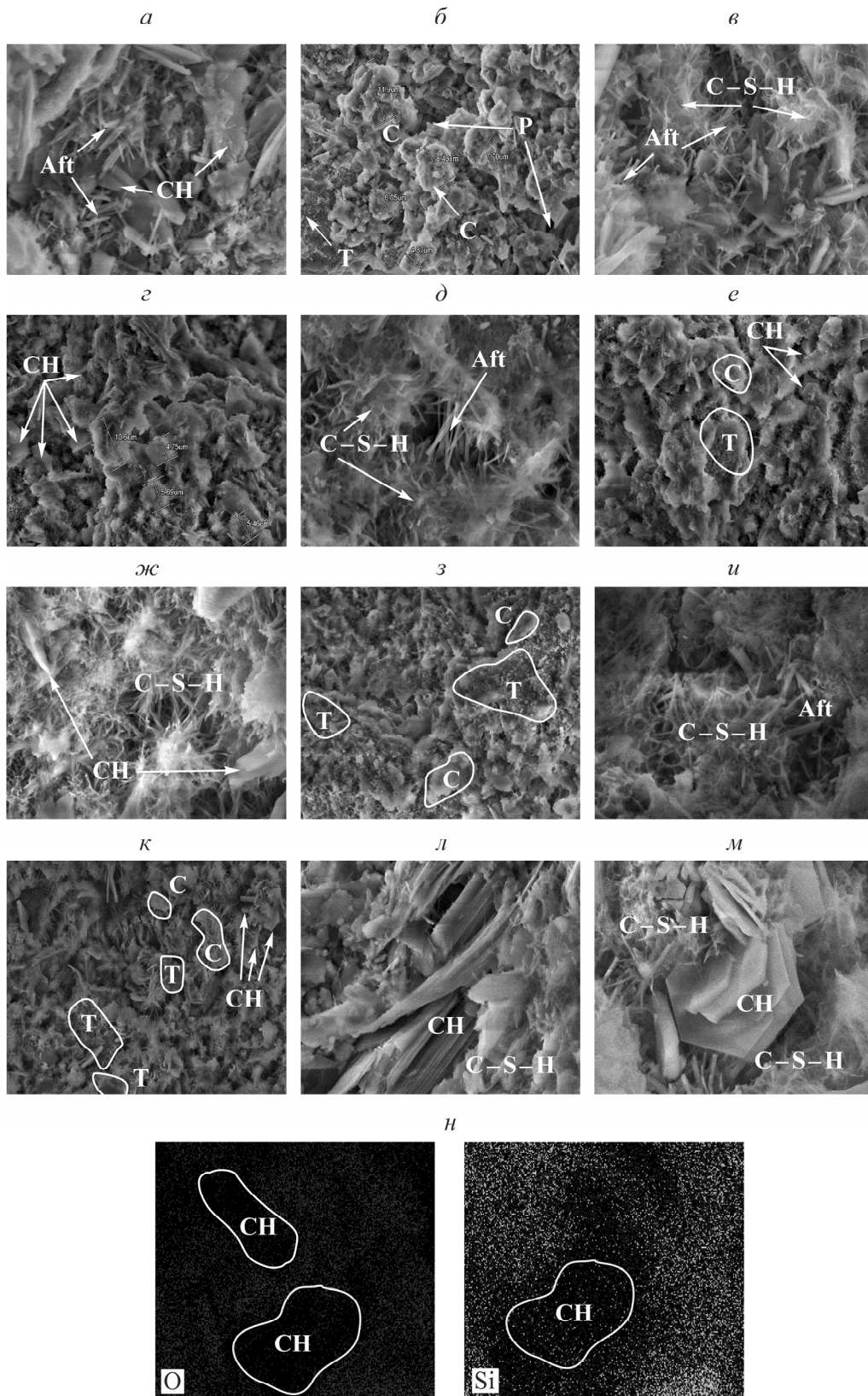


Рис. 11. SEM-изображения: 0 °С и 3 сут (а, б), 20 °С и 3 сут (в, з), 40 °С и 3 сут (д, е), 80 °С и 3 сут (ж, з, л), 20 °С и 28 сут (и, к, м), н — распределение О и Si в случае (м); Aft — этtringит; CH — кристаллический раствор; C-S-H — гидрат силиката кальция; C — цемент; T — хвосты обогащения; P — поры

На рис. 11а структура рыхлая с рассеянными кристаллами СН в форме пластинок. Насыщение СН произошло из-за реакции $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ (C_3S) с водой и осадками. В то же время отмечается небольшое количество иглообразных частиц этtringита, образованных в результате реакции $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ (C_3A) и гипса в щелочной среде [21]. Наблюдается небольшое локально рассеянное количество $\text{C}-\text{S}-\text{H}$, который кристаллизуется при 100°C и находится в форме связей. При увеличении в 2000 раз видно большое количество пор между частицами хвостов и цемента (рис. 11б). При увеличении температуры затвердевания повышается количество иглообразных кристаллов этtringита и волокон $\text{C}-\text{S}-\text{H}$ (рис. 11в, д, ж). Поверхность связующих частиц окутана связями $\text{C}-\text{S}-\text{H}$ и кристаллами этtringита, образуя форму “морского ежа” (рис. 11г, е, з). Связи $\text{C}-\text{S}-\text{H}$ занимают большую часть пространства и образуют цветкообразную сеть (рис. 11ж). Волокна $\text{C}-\text{S}-\text{H}$ становятся основным связующим элементом и главным источником прочности среди продуктов гидратации. При увеличении в 2000 раз рыхлая структура смеси постепенно уплотняется, частицы цемента и хвостов связываются волокнами $\text{C}-\text{S}-\text{H}$ (рис. 11б, г, е, з). Это объясняет повышение ПНС при увеличении температуры затвердевания на микроскопическом уровне.

Обнаружено, что при увеличении продолжительности затвердевания интенсивно проявляются связи $\text{C}-\text{S}-\text{H}$, поры между частицами заполняются продуктами гидратации (рис. 11в, и). При увеличении в 2000 раз видно, что структура материала уплотняется. Размер кристаллов с хорошо кристаллизованной пластинчатой структурой находится в диапазоне $5-10$ мкм (рис. 11л, м). Плотность распределения элементов O и Si показана на рис. 11н. Кристаллы СН формируются из внутренних связей $\text{C}-\text{S}-\text{H}$ (рис. 11л, м). Разрушение мембраны, вызываемое осмотическим давлением, происходит в месте расположения СН. После разрыва мембраны C_3S частицы цемента быстро реагируют с водой и образуется раствор СН. Так как растворимость СН в воде уменьшается с увеличением температуры, кристаллы СН быстро осаждаются.

Наблюдение и сбор статистики разрушения образцов показали, что виды разрушения образцов смеси включают: разрушение дроблением, разрушение растяжением и комбинированное разрушение (рис. 12, 13). Различия в характере разрушения образцов возникают вследствие их затвердевания с разной температурой и продолжительностью. При малой продолжительности и низкой температуре доминирует разрушение дроблением, когда рядом с поверхностью образуется множество основных псевдовертикальных трещин. Они медленно развиваются и переходят в форму вторичных трещин, способствуя отслаиванию материала с поверхности (рис. 12а). В этом случае накапливается малое количество продуктов гидратации (слабая адгезия между частицами). На поверхности образца наблюдается выкрашивание материала. После перемешивания пульпы закладочной смеси и ее размещения в форме пульпа начинает оседать, приводя к разности концентрации материала между нижней и верхней частью образца. В процессе реальной закладки выработок данное явление также присутствует. При увеличении температуры и продолжительности затвердевания образцы разрушаются при сочетании сжатия и растяжения. На этой стадии количество главных псевдотрещин снижается. Образуется одна или несколько основных трещин, примерно параллельных вертикальной оси образца (рис. 12б). Если температура затвердевания превышает 40°C и продолжительность составляет более 3 сут, то преобладает разрушение растяжением, когда основные псевдотрещины не образуются, появляется лишь множество проникающих трещин, что является результатом того, что напряжение поперечного растяжения превышает прочность образца на растяжение (рис. 12в). Доказано, что увеличение температуры и продолжительности затвердевания повышает механическую прочность образца.

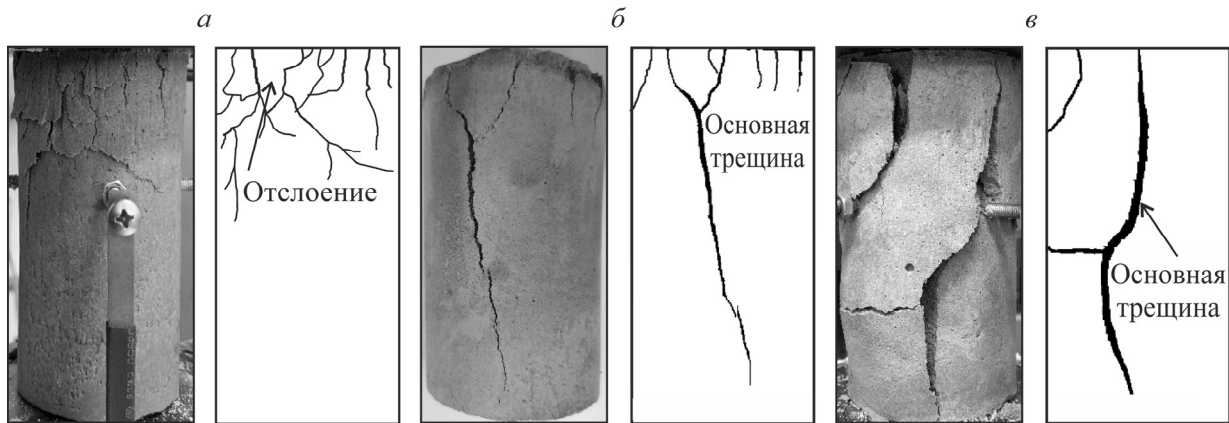


Рис. 12. Характер разрушения: *а* — дробление; *б* — комбинированное разрушение; *в* — растяжение

На рис. 13а показана интерпретация характера разрушения образцов посредством кривых “напряжение–деформация”. Разрушение дроблением связано с пластическим разрушением. Комбинированное разрушение и разрушение растяжением возникают при превышении пикового напряжения, а при разрушении растяжением постпиковое напряжение падает гораздо быстрее.

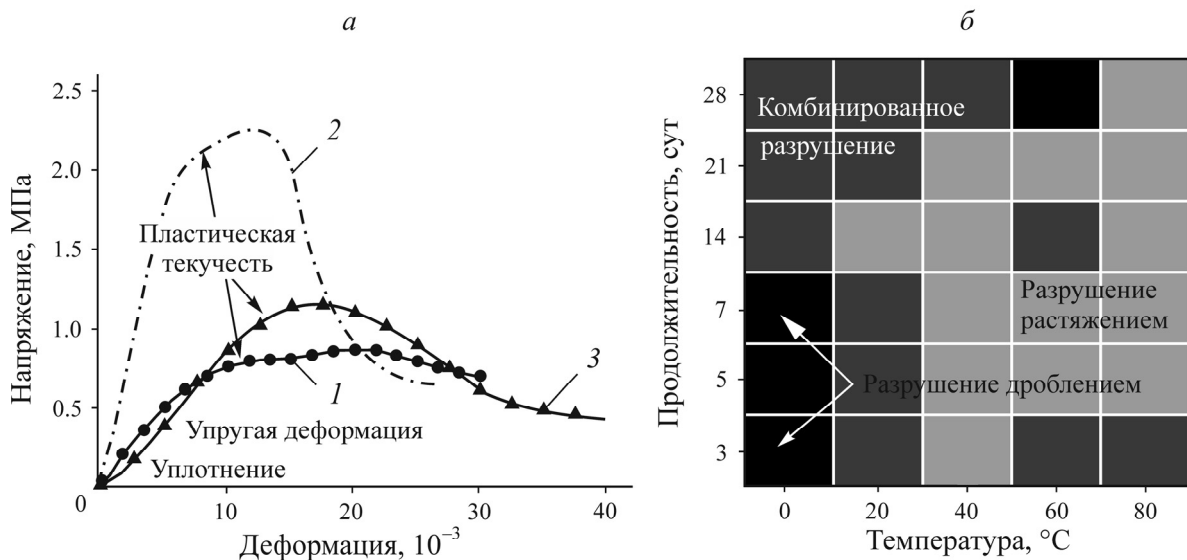


Рис. 13. Кривые “напряжение–деформация” трех образцов (*а*) и распределение характера разрушения образцов в зависимости от температуры и продолжительности затвердевания (*б*): 1 — разрушение дроблением (0 °С и 14 сут); 2 — разрушение растяжением (20 °С и 21 сут); 3 — комбинированное разрушение (60 °С и 3 сут)

Относительная влажность лабораторного затвердевания цементной закладочной смеси установлена в пределах $80-95 \pm 1\%$ [22, 23]. Фактическое давление воды меньше, чем давление насыщенной воды при той же температуре. При затвердевании закладка, находясь в ненасыщенном состоянии, дает возможность воде испаряться. Реакция гидратации уменьшает содержание воды в смеси. При более высокой температуре и продолжительности затвердевания гидратация протекает интенсивнее и содержание воды в смеси уменьшается [24]. При фактической закладке горных выработок закладочная смесь находится в среде ненасыщенной влажности, поэтому результаты настоящего исследования могут использоваться для разработки технологии закладки горных выработок.

ВЫВОДЫ

Прочность на неограниченное сжатие закладочной смеси положительно коррелирует с температурой и продолжительностью затвердевания. При увеличении продолжительности затвердевания ПНС экспоненциально увеличивается, а интенсивность ее роста со временем постепенно снижается. Наибольшая интенсивность роста ПНС возникает в период 3–7 сут. Согласно SEM-анализу, повышение ПНС объясняется накоплением продуктов гидратации в цементной закладочной смеси, которые заполняют внутренние поры между частицами цемента и хвостов.

ПНС цементной закладочной смеси повышается при увеличении температуры затвердевания. Низкая температура замедляет реакцию гидратации смеси. SEM-анализ показал, что при увеличении температуры увеличивается количество связей С–S–Н, образующих сеть, которая становится основным связующим элементом и главным источником прочности продуктов гидратации. Высокая температура повышает ПНС за счет увеличения осмотического давления между внутренней и наружной частью мембраны на поверхности частиц цемента, в результате чего ускоряется реакция гидратации.

Цементную закладочную смесь с определенной ПНС можно получить разными вариантами затвердевания. В ходе закладки горных выработок можно повысить температуру затвердевания смеси с целью сокращения времени достижения требуемой прочности и цикла закладки выработки. Полученная формула прогнозирования ПНС способна описать зависимость ее от температуры и продолжительности затвердевания. Температура и продолжительность затвердевания цементной смеси влияют на характер разрушения (дроблением, растяжением, комбинированным). При 0 и 20 °С и продолжительности затвердевания 3 сут характер разрушения образцов — дробление и комбинированное разрушение. При увеличении температуры и продолжительности затвердевания доминирует разрушение растяжением, в ходе которого резко образуется и стремительно падает пик напряжений.

Авторы благодарят за поддержку сотрудников инженерной лаборатории по закладке горных выработок золотодобывающей шахты “Шандон”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wang H. J., Wang Y. J., Li W. C., and Qiao J. H. The report of mineral resources saving and comprehensive utilization in China, *Natural Resource Economics of China*, 2020, Vol. 33, No. 2.
2. Queiroz H. M., Nóbrega G. N., Ferreira T. O., Almeida L. S., Romero T. B., Santaella S. T., Bernardino A. F., and Otero X. L. The Samarco mine tailing disaster: A possible time-bomb for heavy metals contamination? *Sci. Total Environ.*, 2018. — P. 498–506, P. 637–638.
3. Yin G., Li G., Wei Z., Wan L., Shui G., and Jing X. Stability analysis of a copper tailings dam via laboratory model tests: A Chinese case study, *Miner. Eng.*, 2011, Vol. 24. — P. 122–130.
4. Sharma R. S. and Al-Busaidi T. S. Groundwater pollution due to a tailings dam, *Eng. Geol.*, 2001, Vol. 60. — P. 235–244.
5. Fall M., Belem T., Samb S., and Benzaazoua M. Experimental characterization of the stress–strain behaviour of cemented paste backfill in compression, *J. Mater. Sci.*, 2007, Vol. 42. — P. 3914–3922.
6. Yilmaz E., Belem T., Bussiere B., Mbonimpa M., and Benzaazoua M. Curing time effect on consolidation behaviour of cemented paste backfill containing different cement types and contents, *Constr. Build. Mater.*, 2015, Vol. 75. — P. 99–111.

7. **Wu A. X., Wang Y., Wang H. J., Yin S. H., and Miao X. X.** Coupled effects of cement type and water quality on the properties of cemented paste backfill, *Int. J. Miner. Process.*, 2015, Vol. 143. — P. 65–71.
8. **Fall M., Benzaazoua M., and Ouellet S.** Experimental characterization of the influence of tailings fineness and density on the quality of cemented paste backfill, *Miner. Eng.*, 2005, Vol. 18. — P. 41–44.
9. **Fall M., Benzaazoua M., and Saa E. G.** Mix proportioning of underground cemented tailings backfill, *Tunnelling and Underground Space Technol.*, 2008, Vol. 23. — P. 80–90.
10. **Yang K. H., Mun J. S., and Jeong J. E.** Compressive strength development of high-strength concrete under different curing temperatures, *Adv. Mater. Res.*, 2014, Vol. 905. — P. 195–198.
11. **Kim J.-K., Moon Y.-H., and Eo S.-H.** Compressive strength development of concrete with different curing time and temperature, *Cem. Concr. Res.*, 1998, Vol. 28. — P. 1761–1773.
12. **Wang Y. Y., Wang H. W., and Shi X.** Creep Investigation on shale-like material with preexisting fissure under coupling temperatures and confining pressures, *Advances in Civil Eng.*, 2019, Vol. 11. — P. 1–10.
13. **Wei S. J., Yang Y. S., Su C. D., Cardosh S. R., and Wang H.** Experimental study of the effect of high temperature on the mechanical properties of coarse sandstone, *Appl. Sci-Basel*, 2019, Vol. 9.
14. **Fall M., Celestin J. C., Pokharel M., and Toure M.** A contribution to understanding the effects of curing temperature on the mechanical properties of mine cemented tailings backfill, *Eng. Geol.*, 2010, Vol. 114. — P. 397–413.
15. **He M. and Guo P.** Deep rock mass thermodynamic effect and temperature control measures, *Chinese J. Rock Mech. Eng.*, 2013, Vol. 32. — P. 2377–2393.
16. **Jiang H. Q., Fall M., and Cui L.** Freezing behaviour of cemented paste backfill material in column experiments, *Constr. Build. Mater.*, 2017, Vol. 147. — P. 837–846.
17. **Fall M. and Pokharel M.** Coupled effects of sulphate and temperature on the strength development of cemented tailings backfills: Portland cement-paste backfill, *Cem. Concr. Compos.*, 2010, Vol. 32. — P. 819–828.
18. **Xu W. B. and Cao P. W.** Fracture behaviour of cemented tailing backfill with pre-existing crack and thermal treatment under three-point bending loading: Experimental studies and particle flow code simulation, *Eng. Fract. Mech.*, 2018, Vol. 195. — P. 129–141.
19. **Morsy M. S.** Effect of temperature on electrical conductivity of blended cement pastes, *Cem. Concr. Res.*, 1999, Vol. 29. — P. 603–606.
20. **Husem M. and Gozutok S.** The effects of low temperature curing on the compressive strength of ordinary and high performance concrete, *Constr. Build. Mater.*, 2005, Vol. 19. — P. 49–53.
21. **Rajasekaran G.** Physico-chemical behaviour of lime treated marine clay, *Ph.d Thesis Indian Inst. of Tech.* 1994.
22. **Jiang H. Q., Qi Z. J., Yilmaz E., Han J., Qiu J. P., and Dong C. L.** Effectiveness of alkali-activated slag as alternative binder on workability and early age compressive strength of cemented paste backfills, *Constr. Build. Mater.*, 2019, Vol. 218. — P. 689–700.
23. **Ercikdi B., Kuecki G., and Yilmaz T.** Utilization of granulated marble wastes and waste bricks as mineral admixture in cemented paste backfill of sulphide-rich tailings, *Constr. Build. Mater.*, 2015, Vol. 93. — P. 573–583.
24. **Di W. U.** Coupled effect of cement hydration and temperature on hydraulic behavior of cemented tailings backfill, *J. Central South University*, 2015, Vol. 22, No. 5. — P. 1956–1964.

*Поступила в редакцию 12/X 2020
После доработки 10/I 2021
Принята к публикации 30/VI 2021*