

DOI:10.3969/j.issn.1672-1144.2019.03.009

基于 MIP 和 CT 试验的钙质砂孔隙分布特征研究

曹培^{1,2,3}, 丁志军¹

(1. 同济大学 土木学院, 上海 200092; 2. 同济大学 岩土及地下工程教育部重点实验室, 上海 200092;
3. 水利部 土石坝破坏机理与防控技术重点实验室, 江苏 南京 210024)

摘要: 钙质砂是一种以碳酸钙为主要成分的岩土介质, 含有丰富的内孔隙。内孔隙的存在, 对钙质砂宏观力学性质具有重要影响。为了研究钙质砂的微观孔隙结构特征, 选取南海某岛礁建设地基的钙质砂试样, 根据粒径大小将其分为 4 个不同的粒组, 联合使用 MIP 压汞试验和 CT 扫描试验, 对不同粒径钙质砂的微观孔隙性状进行了定量表征。结果表明: 钙质砂孔隙分布特征曲线表现出双峰特征, 小孔隙的体积占比最大, 约为 50% 左右, 其次是大孔隙, 而微孔隙的含量则很少。随着粒径的增大, 钙质砂的孔隙率也在不断增大, 但增大的幅度逐渐减小。钙质砂的封闭内孔隙率约在 1% 上下浮动, 远低于连通孔隙率。

关键词: 钙质砂; 压汞试验; CT 扫描; 孔隙分布; 孔隙率

中图分类号: TU411

文献标识码: A

文章编号: 1672-1144(2019)03-0055-05

Pore Distribution of Calcareous Sand by MIP and CT Scan Methods

CAO Pei^{1,2,3}, DING Zhijun¹

(1. Department of Geotechnical Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China;

2. Key Laboratory of Geotechnical and Underground Engineering of Ministry of Education, Tongji University, Shanghai 200092, China;

3. Key Laboratory of Failure Mechanism and Safety Control Techniques of Earth-rock Dam of the Ministry of Water Resources, Nanjing, Jiangsu 210024, China)

Abstract: With calcium carbonate as a main component, calcareous sand is a kind of geotechnical medium which is rich in inner pore. It has great effects on macroscopic mechanical properties. In order to analyze the characteristics of micro pore of calcareous sand, testing samples from South China Sea are divided into four groups according to grain size. A series of mercury injection porosimetry and CT scan tests are conducted to obtain the microscopic pore characteristics of calcareous sand. Based on the results, a bimodal pattern of the pore distribution curves is observed, which indicate that two main distribution intervals are involved in the inner pores. The pores of small size have the largest proportion which is about 50%, followed by the pores of large size, and the last was the micro pores. The porosity of calcareous sand increases with grain size, but gradient show a decreasing tendency. The closed porosity of calcareous sand is about 1%, which is much lower than connected porosity.

Keywords: calcareous sand; mercury injection porosimetry; CT scan; pore distribution; porosity

孔隙是岩土体微细观结构的主要组成部分, 是影响其工程性质的重要因素之一。微细结构的多样性和易变性, 导致了岩土体宏观力学性质的非连续性、不均匀性、各向异性和非确定性^[1]。岩土体微细结构的分布特征、变化规律以及其对宏观力学响应的影响规律是近年来的研究热点, 同时也是未来岩土工程学术研究的的发展趋势^[2-3]。

钙质砂是一种富含内孔隙的特殊岩土工程材料。现有研究表明^[4-6], 由于内孔隙的存在, 即使在较小的外荷载作用下钙质砂也会发生十分明显的破碎, 在颗粒破碎过程中, 内孔隙的释放对钙质砂的压缩性和剪切性等宏观力学特性具有重要影响。因此, 为了更好地描述微观结构对钙质砂宏观力学特性的影响, 有必要对钙质砂的微观孔隙特征进行定

收稿日期: 2019-01-17

修稿日期: 2019-03-05

基金项目: 水利部土石坝破坏机理与防控技术重点实验室开放研究基金项目(YK915004)

作者简介: 曹培(1981—), 女, 江苏徐州人, 工程师, 主要从事土的基本性质和土力学测试方面的研究工作。E-mail: pciao@tongji.edu.cn

量分析。

近年来,随着微观测试技术的发展,扫描电子显微镜分析法(SEM)、压汞法(MIP)、CT扫描等技术越来越多地被运用到土体微观结构形态的研究中^[7-12]。朱长歧等^[13]和Zhu等^[14]利用光学显微镜对南海钙质砂颗粒的面孔隙度和孔隙形状进行了分析。蒋明镜等^[15]利用扫描电镜系统地研究了不同粒径和粒形钙质砂颗粒表观孔隙率的分布规律。吕海波等^[16]利用压汞试验对礁灰岩碎块和珊瑚枝的孔隙大小分布规律进行了初步的研究,发现礁灰岩碎块包含了较多的大、中孔隙,而珊瑚枝大孔隙极少,以中、小孔隙为主。李建胜等^[17]对煤系地层泥岩样进行显微CT无损探测,并对岩石孔隙结构(孔隙孔径和孔隙率)的算法进行了研究。朱国平等^[18]利用CT扫描研究了在湿干循环过程中浅层红黏土细观结构的演化规律。邓远刚等^[19]运用CT扫描技术研究了典型脆性岩样破坏细观裂纹扩展的发展规律。

虽然这些方法对于研究岩土体的微观结构都有一定优势,但也同样存在相应的问题。SEM方法能够直接观察到颗粒表面孔隙的形态特征,但是其获取的图像只是二维的,在图像处理过程中,图像的分辨率、数字图像二值化灰度阈值的选取以及孔隙边界的提取精度等对计算结果都有不同程度的影响^[20],得到的孔隙率不足以准确全面地反映土体的真实情况。MIP试验无法直接观察试样的形态特征,而且仅能检测到与试样表面相连通的孔隙,对于内部封闭的孔隙却无能为力。而CT扫描试验受限于仪器扫描精度,对于小微孔隙往往难以检测。因此,本文以南海某岛礁建设地基的钙质砂为研究对象,联合MIP法和CT扫描法,完整定量地研究钙质砂颗粒的孔径分布、孔隙率和其他微观孔隙结构特征及其随颗粒粒径的变化规律,为建立微观孔隙和宏观力学性质之间的关系提供依据。

1 试样制备与试验方法

1.1 试样制备

试验所用的未胶结钙质砂颗粒取自南海某岛礁建设地基,先用蒸馏水反复清洗,然后烘干8 h以上备用,如图1所示。为研究不同粒径钙质砂颗粒的孔隙分布规律,将烘干后的试样筛分为以下四个粒径组:1.0 mm~2.0 mm、2.0 mm~3.3 mm、3.3 mm~5.0 mm、5.0 mm~10.0 mm,在每个粒组中选取有代表性颗粒待用。



图1 试验所用钙质砂

1.2 试验方法

MIP试验所用的仪器为美国麦克仪器公司生产的AutoPore IV 9500全自动压汞仪,最大进汞压力可达414 MPa,孔径测量范围为0.003 μm~360 μm,进汞退汞体积精度为1/200000。

MIP试验的原理是非浸润性液体只有在施加压力下才可进入固体孔隙,而且在不断增压的情况下,被导入液体侵入的孔径是所用压力的函数。所以MIP试验测得的孔隙是试样内部的连通孔隙。对于圆柱形孔隙,孔径和压力之间的关系可按Washburn公式计算:

$$p = - \frac{2\gamma \cos\theta}{r} \quad (1)$$

式中: p 为所施加的压力; γ 为导入液体的表面张力,试验中取0.480 N/m; θ 为导入液体和固体材料之间的接触角,试验中取140°; r 为圆柱形孔隙半径。

CT扫描试验采用的仪器为GE公司生产的phoenix V|tome|X型工业CT,主要测试参数为:射线管电压170 kV,电流50 μA,曝光时间1 000 ms,空间分辨率范围为4 μm~240 μm,测试时可以根据样品实际尺寸调选至最佳分辨率。

CT扫描是一种无损精确的检测方法,主要是使X射线垂直透过被测样品,利用探测器收集衰减后的X射线,通过模数转换后获得CT切片图像,最后再用图像处理方法进行三维结构重建。试验选取不同粒径的有代表性钙质砂颗粒,清洗浸泡后烘干,以去除原生颗粒表面的杂质。将颗粒以自由状态摆放在载物台上,随即开始扫描。扫描时,颗粒随载物台一起旋转360°,每次转动0.4°,每转动一次,探测器采集一张切片,共计900张切片。扫描一次约需35 min。空间分辨率取10 μm左右,确保不同粒径颗粒的扫描结果具有可对比性。采用专业软件VGStudio

MAX 对扫描获取的二维切片进行三维重建,包括射线束硬化校正、图像几何校正和图像降噪处理。

2 MIP 试验结果分析

2.1 进退汞曲线

图 2 为粒径 5 mm~10 mm 的钙质砂颗粒一次完整的进退汞曲线。从图 2 中可以看出,在初始阶段,进汞速率比较大,随着进汞压力的增加,进汞速率逐渐减小,最终趋于稳定,曲线的端部趋于平缓。而从完整的进退汞曲线来看,随着退汞压力的减小,进退汞曲线逐渐分离,退汞的体积变化量远小于进汞的体积变化量。这主要是因为试样内部有一些“墨水瓶”型孔隙,存在“瓶颈”效应,导致退汞时部分汞滞留孔隙内部无法排出。

2.2 钙质砂孔隙分布特征曲线

不同粒径钙质砂的孔隙直径与累计进汞量的关

系曲线,如图 3 所示。由图 3 中可以看出,钙质砂的孔隙直径大多集中在 0.1 μm 以上。随着钙质砂试样颗粒粒径的增大,试样的孔隙累计体积也不断增大,1.0 mm~2.0 mm 粒径组的试样孔隙累计体积最小,而 5.0 mm~10.0 mm 粒径组的试样孔隙累计体积最大,具体如表 1 所示。

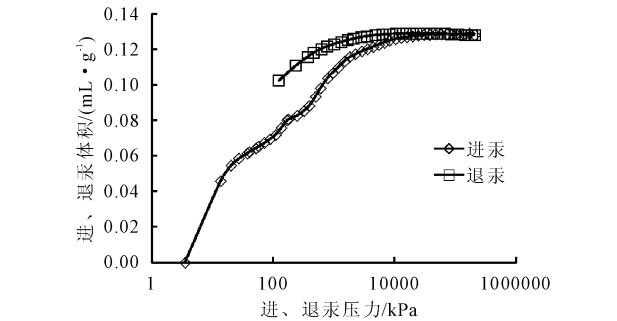


图 2 进 - 出汞体积与压力关系曲线

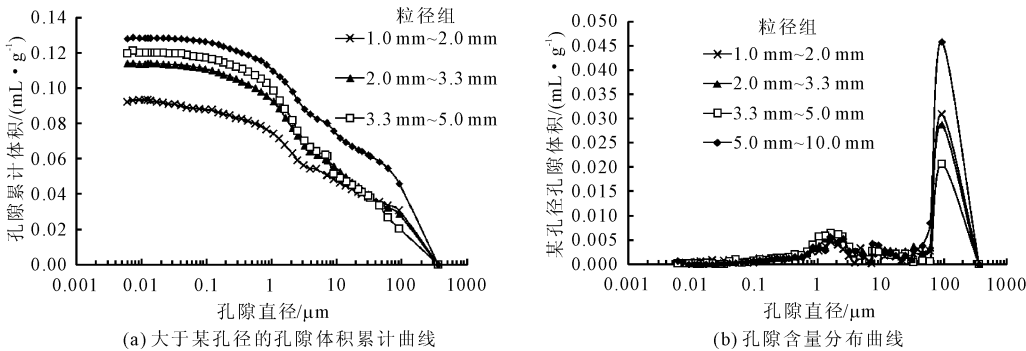


图 3 不同粒径钙质砂孔隙分布曲线

表 1 不同粒径钙质砂孔隙结构特征参数表

试样粒径 /mm	总进汞体积 /(mm³·g⁻¹)	残留汞体积 /(mm³·g⁻¹)	孔隙率 /%	总孔面积 /(m²·g⁻¹)	孔隙累计体积/(mm³·g⁻¹)			
					微孔隙 <0.1 μm	小孔隙 0.1 μm ~ 10.0 μm	中孔隙 10.0 μm ~ 100.0 μm	大孔隙 >100.0 μm
1.0~2.0	93.6	72.3	18.4	0.433	4.8	41.3	15.5	30.9
2.0~3.3	114.2	85.0	23.6	0.659	4.1	57.2	24.1	28.8
3.3~5.0	119.8	91.6	24.8	1.096	3.1	67.6	28.5	20.6
5.0~10.0	128.2	102.6	25.4	0.617	2.5	53.9	25.9	46.0

从整体来看,孔隙分布曲线可以被分成两个阶段:(1) 孔隙直径小于 0.1 μm 时,孔隙体积累计曲线比较平缓,说明试验所用钙质砂颗粒中直径小于 0.1 μm 的孔隙含量较少;(2) 当孔隙直径大于 0.1 μm 时,孔隙累计体积曲线的斜率逐渐大,说明该区间的孔隙含量较多。相应地,图 3(b)反映了孔隙空间体积随孔径的变化幅度,可以看出,钙质砂的孔径呈双峰分布,有两个主分布区间,分别为 0.1 μm ~

10 μm 和 50 μm ~360 μm 。
为了便于对试样中的孔隙特性进行分析研究,按照在一定范围内的孔隙具有相似特性的原则,通常可根据孔隙分布曲线,选择合适的划分界限,将孔隙分为大孔隙、中孔隙、小孔隙和微孔隙^[21]。吕海波等^[16]曾将 0.1 μm 、10 μm 和 100 μm 作为礁灰岩碎块与珊瑚枝孔径的划分界限。对不同粒径级别钙质砂的孔隙进行分类统计,孔隙分布结果分别如表 1

所示。

从不同粒径钙质砂孔隙的分布情况来看,小孔隙的体积最大,远超过大、中、微孔隙的体积,所占的比例最高,约为 50% 左右,约是中孔隙体积的 2 倍左右。其次是大孔隙,体积略高于中孔隙。微孔隙所占比例最少,远小于 10%,而且随着颗粒粒径的增大,微孔隙所占的比例逐渐减小。

2.3 孔隙结构特征参数的变化规律

图 4 所示为钙质砂试样的孔隙率随粒径的变化规律。

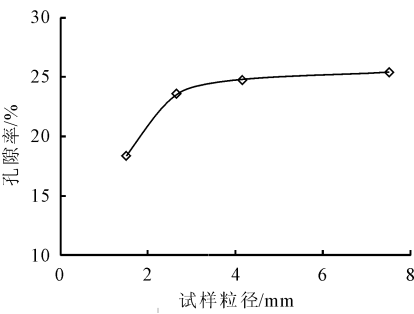


图 4 不同粒径钙质砂的孔隙率

从图 4 中可以看出,随着粒径的增大,钙质砂试样的孔隙率也在增大,但是增大的速率在逐渐减缓。钙质砂主要是由海洋生物(珊瑚、海藻、贝壳、生物骨骼残骸)经过物理、生物和化学等作用而形成的以碳酸盐为主要成分的沉积物。大粒径的钙质砂颗粒较多地保留了原生生物骨架中的孔隙,因而测得的孔隙率较大。

压汞试验测得的钙质砂微观结构参数如表 1 所示。从表 1 中可以看出,3.3 mm~5.0 mm 试样的总孔面积最大,1.0 mm~2.0 mm 试样的总孔面积最小。对于多孔材料,一般来说,总孔表面积的大小与孔隙数量和孔径的大小均有关系,当孔隙数量相同时,微孔、小孔的含量越高相应地其总孔面积也越大。

3 CT 试验结果分析

CT 扫描得到的试样切片图经三维重建后的颗粒图片如图 5(a)所示,属于灰度值图像,是由一系列灰度值不等的体素组成的。体素的灰度值反映该处物质的密度,灰度值越大表示密度越大,对应的图像点越亮;灰度值越小则表示该处密度越小,图像点越暗。由于颗粒本身和孔隙的密度相差较大,因此通过扫描图像可以获取颗粒内部的结构信息。通过压汞试验,对钙质砂颗粒内部连通孔隙的分布特征进行了表征,但是对颗粒内部的封闭孔隙却无法进行检测。因此本次 CT 试验主要关注钙质砂颗粒内部的封闭孔隙特征。利用分析软件 VGStudio MAX 采用阈值分割法将封闭内孔隙提取出来,然后对颗粒中的矿物组分进行透明化处理,从而可以使整个颗粒中封闭内孔隙的三维形貌和空间相对位置清晰的展现出来,图 5(b)、图 5(c)所示分别给出了透明度分别为 80% 和 100% 的处理后图像。从图 5 中可以看出,钙质砂颗粒内部孔隙分布丰富,细小的孔隙密布整个颗粒内部。

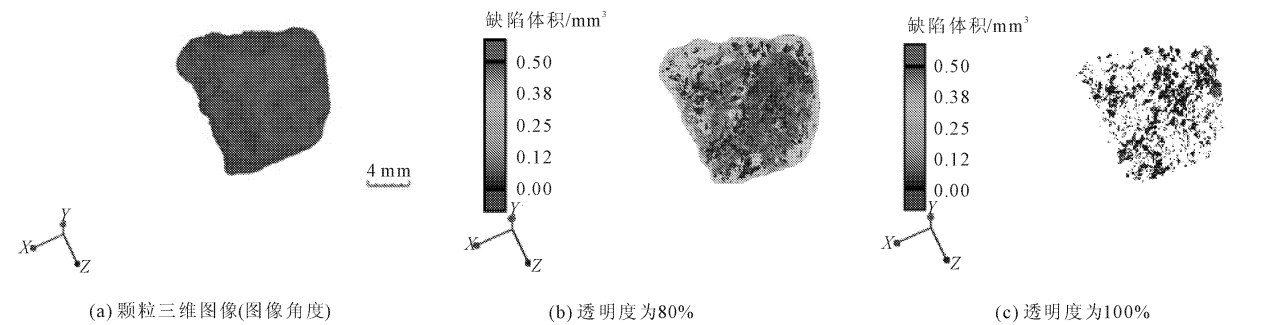


图 5 钙质砂颗粒封闭孔隙空间分布图(5 mm~10 mm)

根据三维图像中的封闭内孔隙体素数量与体素总数的比值,可以获得封闭孔隙率,如表 2 所示。表中同时给出了每个颗粒最大、最小封闭孔隙的等效直径,孔隙表面积等参数。由于扫描分辨率在 10 μm 左右,在扫描过程中低于这一分辨率的孔隙难以被检测到,所以检测到的最小孔径在 0.03 mm~0.04mm 左右,微孔隙和小孔隙却无法识别,这对

表 2 典型钙质砂颗粒封闭内孔隙特征参数

试样粒径 /mm	最大孔径 /mm	最小孔径 /mm	孔隙表面积 /mm ²	孔隙率 /%
1.0~2.0	0.380	0.100	0.15	0.039
2.0~5.0	1.094	0.037	15.98	0.748
5.0~10.0	2.610	0.040	181.54	0.875
	1.710	0.030	42.07	1.401

孔隙率等微观结构参数有一定的影响。随着颗粒粒径的增大,封闭内孔隙率也在逐渐增大,但总体上都在 1% 上下浮动,远低于连通孔隙率。

4 结 论

通过压汞试验(MIP)对不同粒径的南海钙质砂的孔隙分布特征进行了研究,主要得出以下结论:

(1) 钙质砂的孔径分布在 $50\ \mu\text{m} \sim 360\ \mu\text{m}$ 和 $0.1\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ 两个区间,小孔隙的体积所占的比例最高,大孔隙其次,微孔隙的含量最少。

(2) 随着粒径的增大,钙质砂连通孔隙和封闭孔隙的孔隙率增大,但是增大的幅度逐渐减小。封闭孔隙率多在 1% 上下浮动,在整个孔隙结构中占比较小。

(3) 联合 MIP 试验和 CT 扫描试验能够对钙质砂的内孔隙分布特征进行完整有效地表征,但是如何构建微观孔隙结构模型、进而建立微观结构参数与宏观力学特性之间的关系,还需要进一步的研究。

参考文献:

- [1] 洪保宁,刘 鑫.土体微细观结构理论与试验[M].北京:科学出版社,2010:1-10.
- [2] 周 健,贾敏才.土工细观模型试验与数值模拟[M].北京:科学出版社,2008:7-13.
- [3] 王艳丽,程展林.CT 扫描技术在我国土工试验中的应用研究进展[J].地震工程学报,2015,37(S1):35-39.
- [4] 虞海珍,汪 稔.钙质砂动强度试验研究[J].岩土力学,1999,20(4):6-11.
- [5] 孙吉主,黄明利,汪 稔.内孔隙与各向异性对钙质砂液化特性的影响[J].岩土力学,2002,23(2):166-169.
- [6] 陈海洋.钙质砂的内孔隙研究[D].武汉:中国科学院武汉岩土力学研究所,2005:46-50.
- [7] Lapierre C, Leroueil S, Locat J. Mercury intrusion and permeability of Louiseville clay[J]. Canadian Geotechnical Journal, 1990,27(6):761-773.
- [8] 唐益群,赵书凯,杨 坪,等.饱和软黏土在地铁荷载作用下微结构定量化研究[J].土木工程学报,2009,42(8):98-103.
- [9] 张先伟,孔令伟,郭爱国,等.不同固结压力下强结构性黏土孔隙分布试验研究[J].岩土力学,2014,35(10):2794-2800.
- [10] Dal Ferro N, Delmas P, Duwig C, et al. Coupling X-ray microtomography and mercury intrusion porosimetry to quantify aggregate structures of a cambisol under different fertilisation treatments[J]. Soil & Tillage Research, 2012,119:13-21.
- [11] Yang B H, Wu A X, Guillermo A N, et al. Use of high-resolution X-ray computed tomography and 3D image analysis to quantify mineral dissemination and pore space in oxide copper ore particles[J]. International Journal of Minerals Metallurgy and Materials, 2017,24(9):965-973.
- [12] 王旭东,田 威,王 昕.基于 CT 技术的混凝土细观三维重建研究[J].水利与建筑工程学报,2014,12(3):94-97.
- [13] 朱长歧,陈海洋,孟庆山,等.钙质砂颗粒内孔隙的结构特征分析[J].岩土力学,2014,35(7):1831-1836.
- [14] Zhu C, Wang X, Wang R, et al. Experimental microscopic study of inner pores of calcareous sand[J]. Material Research Innovations, 2014,18(S2):207-214.
- [15] 蒋明镜,吴 迪,曹 培,等.基于 SEM 图片的钙质砂连通孔隙分析[J].岩土工程学报,2017,39(S1):1-5.
- [16] 吕海波,汪 稔,孔令伟.钙质土破碎原因的细观分析初探[J].岩石力学与工程学报,2001,20(S1):890-982.
- [17] 李建胜,王 东,康天合.基于显微 CT 试验的岩石孔隙结构算法研究[J].岩土工程学报,2010,32(11):1703-1708.
- [18] 朱国平,陈正汉,韦昌富,等.浅层红黏土的细观结构演化规律研究[J].水利与建筑工程学报,2016,14(4):42-49.
- [19] 邓远刚,王述红,孟嫣然,等.基于 CT 扫描的致密砂岩脆性破坏裂纹扩展规律研究[J].水利与建筑工程学报,2017,15(4):39-43.
- [20] 李德成, Velde B, Delerue J F, 等.孔隙结构图像分析中不同试验因素对分析结果的影响[J].土壤学报,2002,39(1):52-57.
- [21] 王 清,王剑平.土孔隙的分形几何研究[J].岩土工程学报,2000,22(4):496-498.