

富水充填材料蠕变及其硬化体内水分损失特征

刘娟红¹⁾✉, 周茜¹⁾, 赵向辉²⁾

1) 北京科技大学土木与环境工程学院, 北京 100083 2) 中交建筑设计研究院有限公司, 北京 100007

✉ 通信作者, E-mail: juanhong1966@hotmail.com

摘要 为探讨富水充填材料在时效作用下的变形及其硬化体内水分损失特征, 本文研究一定水固质量比的富水充填材料在不同应力水平下的蠕变性能, 并通过扫描电镜观察、差热-热重分析等实验探讨充填体在蠕变过程前后的形变特征、水分损失及其与外界荷载的关系。结果表明: 水固质量比为 2.0 的富水充填材料失稳破坏的临界应力为 1.96 MPa, 为其单轴抗压强度的 90%; 蠕变不会对富水充填材料中结合水含量造成影响; 富水充填材料失稳破坏时内部结构发生非结合水的流失, 非结合水含量损失相对值与所受荷载水平呈线性正相关关系; 非结合水的流失导致结构内部出现更多的空隙, 这些空隙在外界荷载作用下会迅速被压密, 产生较大变形, 导致充填体局部失稳, 进而影响采空区的整体稳定。

关键词 采矿; 充填材料; 蠕变特征; 硬化; 水分损失

分类号 TD823.7

Creep and water loss characteristics in hardening bodies of water-rich filling materials

LIU Juan-hong¹⁾✉, ZHOU Qian¹⁾, ZHAO Xiang-hui²⁾

1) School of Civil and Environmental Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

2) CCCC Architecture Design Institute Co., Ltd., Beijing 100007, China

✉ Corresponding author, E-mail: juanhong1966@hotmail.com

ABSTRACT In order to investigate the characteristics of deformation and water loss of hardened paste of water-rich filling material under aging effect, the creep property of water-rich filling materials with a certain mass ratio of water to solid was studied in different stress conditions. The deformation characteristics, water loss and its relationship with external load on the filling body in the process of creep were analyzed by using scanning electron microscopy and differential thermal analysis-thermal gravimetry (DTA-TG). It is found that the instability and failure critical stress of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio is 1.96 MPa, which is 90% of their compressive strength. Creep cannot affect the content of combined water in water-rich filling materials. But unbound water in water-rich filling materials can run off when instability and failure happen. The relative loss value of unbound water content is of linear positive correlation with the external load level. The loss of unbound water can induce more interspaces in water-rich filling materials. These cracks are quickly pressed and the hardening body produces large deformation under the external load, which leads to the local instability of the filling body and thus affects the overall stability of the goaf.

KEY WORDS mining; filling materials; creep characteristics; hardening; water loss

随着对安全、环保以及矿业可持续发展意识的增强, 人们逐渐认识到充填采矿法在控制地压、控制地表沉降、提高资源回收率、促进矿山环保等方面具有重要意义^[1]。近年来, 为进一步降低充填成本, 扩大充填开

采技术的适用范围, 又开发了高水充填材料; 在高水材料的基础上, 研制出水体积可达 95% 以上的超高水材料^[2-5], 这都在一定程度上降低了成本。

这些高水、超高水等富水充填材料硬化体主要由

钙矾石组成。关于钙矾石的稳定性,杨南如等^[6]认为,在没有其他外加剂存在的情况下,钙矾石的稳定条件关键在于液相中 $[SO_4^{2-}]$ 保持在一定值以上,但是 $CaCO_3$ 的存在可以使钙矾石稳定存在。陈贤拓等^[7]对 CO_2 分解钙矾石的作用机理进行了研究,认为水首先吸附在钙矾石表面的活性中心成为活化态水,然后 CO_2 与活化态水反应生成吸附态碳酸,最后是吸附态碳酸与钙矾石反应。宋存义等^[8]则通过X射线衍射分析和扫描电镜观察对置于空气中720 d的钙矾石风化体进行研究,得出钙矾石易于与空气中 CO_2 反应的结论。游宝坤和席耀忠^[9]指出,钾、钠等离子对钙矾石有一定的影响,但作用不大,钙矾石中足够数量的凝胶和铝胶对钙矾石起保护作用而使其不致碳化。陈洪令和王玉平^[10]利用硫酸铝对硫铝酸盐基高水材料进行凝胶化改性,发现改性可以促进钙矾石的形成,改善结构体的孔结构,增加结构体致密性,提高高水材料的强度。

实际上,富水充填材料硬化体内存在大量非结合水,这部分水结合力弱,容易失去。随着时间的增长、环境湿度的变化以及开采扰动的作用,富水充填材料硬化体内部将会失去较多的非结合水,造成硬化结晶体内部出现裂隙或通道,使此类材料的抗压强度降低。关于富水充填材料的凝结时间、流变性能、抗压强度、钙矾石碳化等方面已有大量研究^[2~15],并且取得一定的成果,但对于充填体蠕变变形特征^[16~17]以及蠕变过程中材料内部水分损失的研究则极少。为探讨富水充填材料在时效作用下的变形及其硬化体内水分损失特征,本文研究一定水固质量比的富水充填材料在不同应力水平下的蠕变性能,并通过扫描电镜观察、差热-热重分析等实验,探讨充填体在蠕变过程前后的形变特征、水分损失及其与外界荷载的关系。

1 原材料与试验方法

1.1 原材料

水泥:采用硫铝酸盐水泥,其X射线衍射分析见图1,主要由无水硫铝酸钙(C_4A_3S)和 β 型硅酸二钙($\beta-C_2S$)组成。石膏:采用二水石膏,其化学成分见表1。生石灰:有效 CaO 质量分数>70%。外加剂:需要加入缓凝剂、速凝剂、悬浮剂和早强剂。缓凝剂采用葡萄糖酸钠和白糖,悬浮剂采用钙基膨润土,早强剂选用碳酸钠和亚硝酸钠。

1.2 试验方法与富水充填材料性能

(1) 富水充填材料的制备。将原材料分为甲、乙料,甲料由水泥、缓凝剂和悬浮剂组成,乙料由石膏、石灰、速凝剂、悬浮剂和早强剂组成。甲料中水泥质量与乙料中石膏和石灰总质量比为1:1,水固质量比为

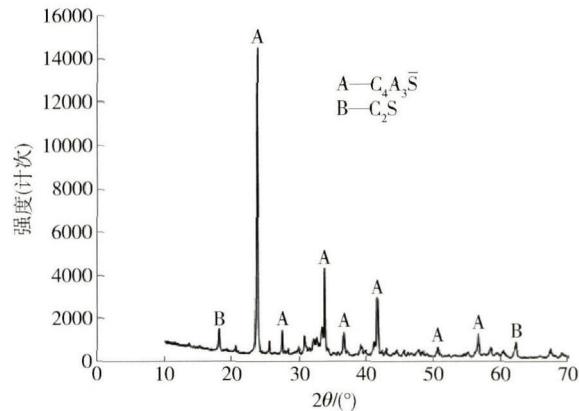


图1 硫铝酸盐水泥X射线衍射谱

Fig. 1 X-ray diffraction pattern of the sulfoaluminate cement

表1 石膏的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of the gypsum %

CaO	SO ₃	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	烧失量
40.03	44.89	0.54	0.16	0.41	0.03	0.04	0.07	13.83

2.0。先将甲、乙料分别单浆搅拌3 min,再一起搅拌5 min,水温20℃,然后成型养护,采用标准养护。试块尺寸为Φ46 mm×70 mm。

(2) 胶凝时间与单浆凝结时间。本试验胶凝时间及单浆凝结时间按MT/T420—1995规定进行,胶凝时间及单浆凝结时间的测试方法以标准所述方法为准。标准规定胶凝时间不得大于20 min,单浆凝结时间不得小于24 h。

(3) 蠕变试验。取多组标养28 d的水固质量比2.0的富水充填材料试块,采用WDW-50型微机控制电子万能试验机分别对其在不同应力水平下的蠕变性能进行测试。

(4) 微观分析。取标养28 d、水固质量比2.0的富水充填材料试块,以及在不同应力水平下蠕变后的试块进行取样,采用FEI Quanta250环境扫描电镜对试样进行扫描观测,采用HTC-3微机差热天平综合热分析仪对试样进行差热-热重分析。

富水充填材料的性能见表2。

2 试验结果与分析

2.1 不同应力水平下水固质量比2.0的富水充填材料蠕变特征

分别对标养28 d的水固质量比2.0的富水充填材料试块在不同应力水平下的蠕变性能进行测试,应力水平从1.5 MPa开始每隔0.01 MPa试验一次,力求得到失稳破坏的临界应力。图2是水固质量比为2.0的富水充填材料在不同应力水平下的蠕变曲线。由于应力水平太多,本文只选取其中四种应力水平下的曲线。

表2 富水充填材料的性能
Table 2 Properties of water-rich filling materials

甲料		乙料		富水充填材料	
粉料	水	粉料	水	胶凝时间及单浆凝结时间	28 d 单轴抗压强度
110.18 g	180 g	76.9 g	180 g	胶凝时间 15 min 单浆凝结时间 >24 h	2.17 MPa

由图2可知,水固质量比为2.0的富水充填材料在应力水平为0.5 MPa、1.0 MPa和1.5 MPa时,蠕变曲线有衰减阶段和稳定阶段两个阶段,没有加速阶段,试验停止时试块并没有破坏。当应力水平达到1.96 MPa时,蠕变曲线表现出三个阶段:衰减阶段、稳定阶段和加速阶段。衰减蠕变时间较短,稳定蠕变时间较长,加速蠕变时间较短,曲线迅速上升,试块发生破坏。根据试验得出,加速蠕变阶段是从应力水平达到1.96 MPa时开始出现的,并且当应力水平大于1.96 MPa时,曲线均有加速蠕变阶段,故水固质量比2.0的富水充填材料失稳破坏的临界应力为1.96 MPa,为其单轴抗压强度的90%。试块在第3阶段出现沿轴线方向的数条裂纹,最终裂纹扩展贯通而破坏,试块表面有湿润,有微量的水渗出。

2.2 富水充填材料蠕变前后扫描电镜观察

对标养28 d、水固质量比2.0的富水充填材料蠕变前后的试样进行扫描观测。图3是水固质量比为2.0的富水充填材料蠕变前28 d龄期的扫描电镜照片。由图3可知,富水充填材料内部主要为钙矾石晶体及少量铝胶。钙矾石晶体以针簇状、细棒状等形态相互交叉、搭接,形成网状结构。材料内部的矿物成分及结构是影响材料变形特性的基本因素。富水充填材料中水一部分与硫铝酸盐水泥、石膏及石灰反应生成钙矾石,以结合水形式存在于钙矾石晶体中;另一部分则以游离态形式填充在材料内部的空隙中,即非结合水。由图3可看出网状结构内部存在大量空隙,可以填充大量非结合水。富水充填材料内部钙矾石分布均匀,材料内部没有缺陷。

图4是水固质量比为2.0的富水充填材料在不同

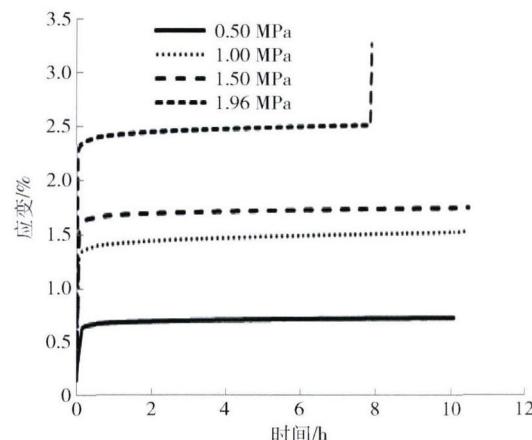


图2 不同应力水平下水固质量比2.0的富水充填材料28 d龄期蠕变曲线

Fig. 2 Creep curves of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio and a 28 d age under different stress levels

应力水平下蠕变后的扫描电镜照片。由图4可知:当荷载水平为其单轴抗压强度的23%(0.5 MPa)时,富水充填材料内部产生较少的裂缝;当荷载水平为其单轴抗压强度的46%(1.0 MPa)和69%(1.5 MPa)时,富水充填材料内部产生部分贯通裂缝;当荷载水平达到其单轴抗压强度的92%(1.96 MPa)时,富水充填材料内部产生多条贯通裂缝。蠕变前细长的钙矾石在不同应力水平下蠕变后变短,这是因为钙矾石在外力作用下发生断裂所致。

2.3 富水充填材料蠕变前后结合水含量变化的差热-热重分析

对标养28 d、水固质量比2.0的富水充填材料蠕变前后的试样进行差热-热重分析。图5是水固质量

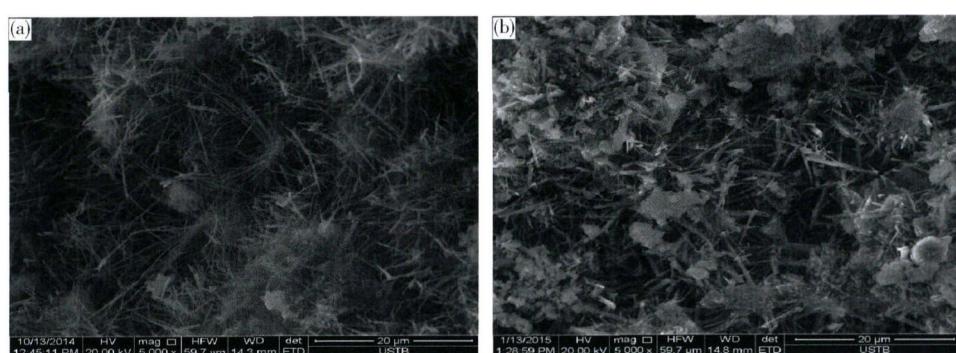


图3 水固质量比为2.0的富水充填材料28 d龄期扫描电镜照片

Fig. 3 SEM images of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio and a 28 d age

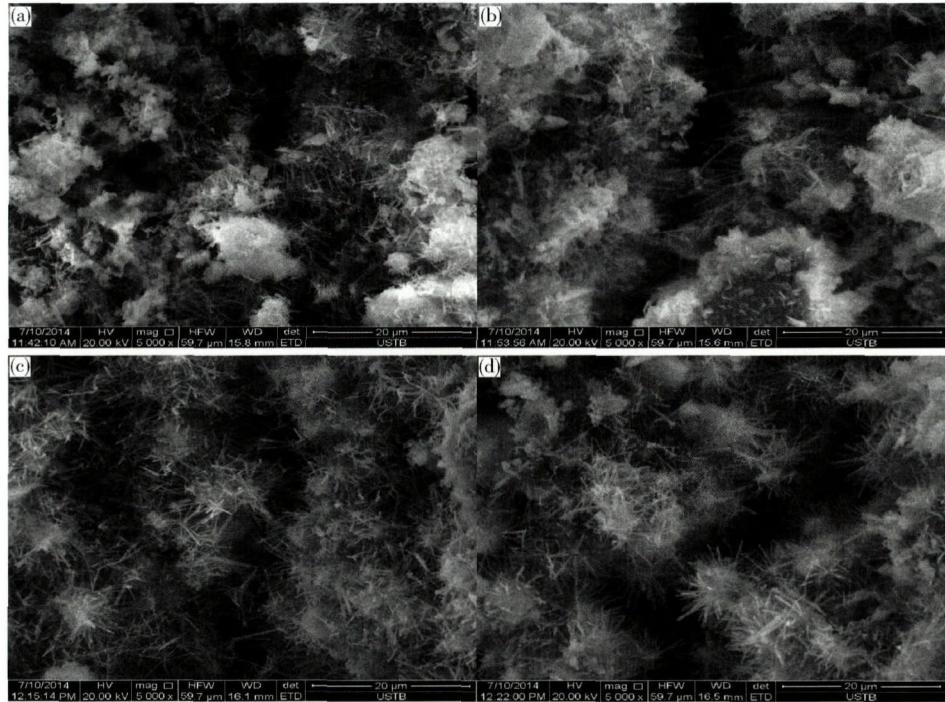


图4 水固质量比2.0的富水充填材料28 d龄期蠕变后扫描电镜照片. (a) 0.5 MPa的应力水平; (b) 1.0 MPa的应力水平; (c) 1.5 MPa的应力水平; (d) 1.96 MPa的应力水平

Fig. 4 SEM images of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio and a 28 d age under different stress levels: (a) 0.5 MPa; (b) 1.0 MPa; (c) 1.5 MPa; (d) 1.96 MPa

比为2.0的富水充填材料28 d龄期的差热-热重曲线, 图6和图7分别是水固质量比为2.0的富水充填材料28 d龄期蠕变前后的差热曲线和热重曲线. 可以看出: 蠕变前后富水充填材料的差热-热重曲线趋势基本一致. 从差热曲线可以看出, 70~220 °C、220~285 °C、380 °C左右与750 °C左右分别出现四个吸热峰. 对应相同温度条件下, 热重曲线上出现四个下降平台段, 并且700 °C以后热重曲线基本为平行线, 即不再有热重损失. 70 °C以前, 热重损失为零, 这是因为差热-热重分析样品已经过烘干处理, 非结合水已蒸发.

一般认为钙矾石在高温下的脱水过程主要分为五步: 第1步, 缓慢脱水过程, 发生在87 °C以前, 脱去6个水分子; 第2步, 迅速脱水过程, 发生在87~135 °C, 吸热速率逐渐增大, 至135 °C达到最大, 此过程共失去15~17个水分子; 第3步, 135~159 °C, 钙多面体中配位水逐渐失去; 第4步, 159~220 °C, 沟槽中两个紧密结晶水脱去, 共失去26个水分子, 除了点阵结合水以外, 其他的水全部脱去; 第5步, 220~700 °C以OH⁻结合在铝柱中的点阵结合水逐步失去, 钙矾石最终转化为无水矿物^[18].

由图5~7可看出, 钙矾石晶体在70~220 °C之间失去它大部分的结合水, 220 °C以后有晶格缓慢的脱水失重过程, 吸热峰远小于70~220 °C的吸热峰. 根据吸热峰对应的热重曲线上热重损失, 可以计算出结合

水含量. 70~220 °C和220~285 °C为钙矾石及铝胶脱水过程(其失重量分别为A和B), 380 °C左右和750 °C左右为氢氧化钙分解过程(其失重量为C), 则结合水总质量分数=A+B+C. 此结合水总质量分数为烘干非结合水后的试样中结合水的质量分数, 计算结果见表3.

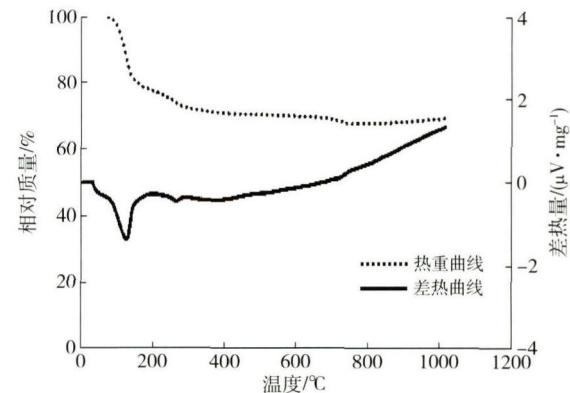


图5 水固质量比为2.0的富水充填材料28 d龄期的差热-热重曲线

Fig. 5 DTA-TG curves of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio and a 28 d age

从表3中可以看出, 蠕变前后, 结合水含量差别不大. 这说明在蠕变过程中钙矾石并不会脱去结合水, 蠕变不会对富水充填材料中的结合水含量造成影响. 当外界荷载作用达到临界值时, 虽然会导致富水充填

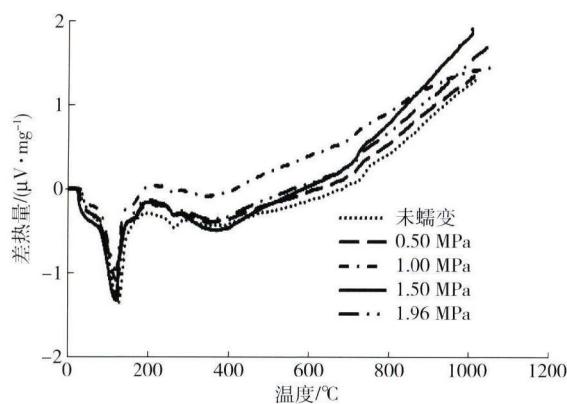


图 6 水固质量比为 2.0 的富水充填材料蠕变前后差热曲线
Fig. 6 DTA curves of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio before and after creep

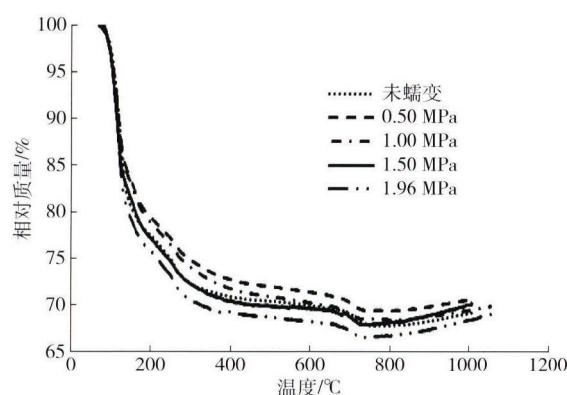


图 7 水固质量比为 2.0 的富水充填材料蠕变前后热重曲线
Fig. 7 TG curves of water-rich filling materials with a 2.0 water-to-solid mass ratio before and after creep

表 3 结合水的质量分数
Table 3 Mass fraction of combined water

应力水平/ MPa	70 ~ 220 °C		220 ~ 285 °C		380 °C 左右与 750 °C 左右		结合水的 总质量 分数/%
	失重量/ %	失重量/ %	失重量/ %	失重量/%	失重量/%	总质量 分数/%	
未蠕变	23.42	3.88	4.89	32.20			
0.5	21.41	3.19	5.87	30.48			
1.0	22.04	3.34	6.07	31.46			
1.5	23.86	3.40	4.83	32.10			
1.96	25.08	3.81	4.46	33.36			

材料迅速产生较大变形而最终失稳,但是材料结构内部并没有发生结合水的流失。试块在破坏过程中渗出的水应当为非结合水迁移所致,故非结合水的流失是导致富水材料充填体失稳的重要原因。

2.4 富水充填材料蠕变前后非结合水含量的变化

富水充填材料标养至一定龄期时,将试块放入烘箱烘干至恒重,可测出其初始非结合水含量,见表 4。由表 4 可以看出,随着龄期的增长,其非结合水含量逐步降低,这是因为随着水化的进行,非结合水参加反应

逐渐被消耗,转变成结合水。水固质量比 2.0 的富水充填材料原材料配比中水的质量分数为 66.7%,其中 28 d 龄期时非结合水质量分数为 53.2%,即原材料配比中大约有 80% 的水未参与反应,填充在材料内部的空隙中。

表 4 非结合水的初始质量分数

Table 4 Initial mass fraction of unbound water %

水固 质量比	非结合水的初始质量分数/%					
	2 h	1 d	7 d	28 d	56 d	90 d
2.0	56.8	54.5	53.5	53.2	52.5	48.8

为排除周围环境对试块非结合水含量损失造成的影响,在蠕变试验开始时,取同批成型的试块置于蠕变试验块旁边,即对比块,保证两者在同样的环境条件下。蠕变试验结束后,将蠕变后的试块进行烘干称重处理,计算出其非结合水含量。同时,称量对比块的质量损失,并对其进行烘干称重处理,计算出对比块的非结合水含量。对比块与试验块的非结合水含量之差,即为蠕变导致的非结合水含量的损失值。该非结合水含量损失值与 28 d 初始非结合水含量的比值,即为非结合水含量损失相对值。水固质量比为 2.0 的富水充填材料 28 d 龄期蠕变后试验块及对比块的非结合水含量见表 5。

表 5 不同应力水平下蠕变后非结合水的质量分数

Table 5 Mass fraction of unbound water after creep under different stress levels

水固质量比	应力水平/MPa	非结合水的质量分数/%	
		试验块	对比块
2.0	0.5	43.6	44.2
	1.0	40.2	41.4
	1.5	42.8	44.5
	1.96	44.4	46.4

对非结合水含量损失相对值与其对应的应力水平之间的关系进行拟合,结果如图 8 所示。水固质量比为 2.0 的富水充填材料线性拟合方程为 $y = 0.0437x$, 相关系数 $R^2 = 0.9828$ 。由拟合结果可以看出,非结合水含量损失相对值与所受荷载水平呈线性正相关关系。

2.5 富水充填材料失稳破坏原因分析

由上述微观实验可知富水充填材料失稳破坏的内部原因如下。富水充填材料硬化体主要由钙矾石晶体组成,由差热—热重实验结果可知,蠕变不会对钙矾石晶体中的结合水含量造成影响,而钙矾石晶体所形成的网状结构存在大量空隙,这些空隙中填充了大量的非结合水。非结合水是以中性水分子形式存在于富水充填材料中的,因此结合力弱,容易失去。非结合水被

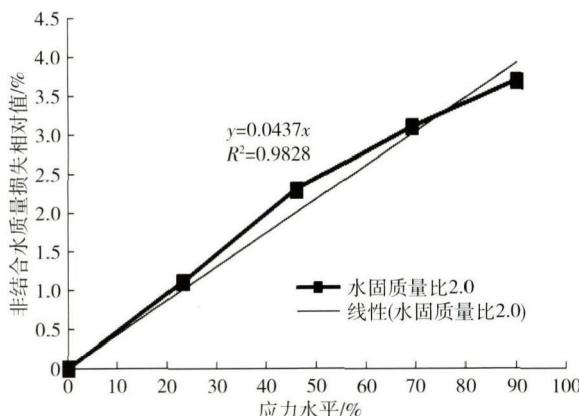


图 8 应力水平与非结合水质量损失相对值关系

Fig. 8 Relationship between the relative loss value of unbound water content and the stress level

分割成各种尺寸形状的液滴,由于毛细管力和吸附效应的作用,这些液滴在固相之间有一定的联结和填充作用。在三向受压状态下有良好的不可压缩性,在一定程度上保证了充填体的稳定。但当受到外界荷载扰动后,采空区与富水充填材料之间的平衡被破坏,充填材料中固相结构与非结合水的平衡条件发生改变,从而造成非结合水的迁移。充填体内的非结合水将会泌出、渗透和流失。当荷载水平较低时,充填材料内部的钙矾石晶体被挤压,空隙减少,非结合水被挤出,但内部空隙是非连通的,非结合水的迁移只是在内部小空隙中进行;随着荷载水平的增大,充填材料内部的钙矾石晶体发生断裂,试块开始产生大量裂缝,这些裂缝在荷载作用下逐渐扩展并形成部分贯通缝,非结合水会在这些贯通缝中流动、渗透至富水充填材料表面;当荷载水平达到一定值时,充填材料内部结构完全破坏,迅速出现更大的贯通缝,同时非结合水的迁移损失又导致结构疏松,内部出现更多的空隙和通道,在外界荷载作用下会迅速被压密,产生较大变形,充填体逐渐失去承载能力,导致充填体的局部失稳和破坏,进而影响采空区充填体的整体稳定。

3 结论

(1) 水固质量比为 2.0 的富水充填材料在应力水平为 0.5、1.0 和 1.5 MPa 时,蠕变曲线有衰减阶段和稳定阶段两个阶段;当应力水平为 1.96 MPa 时,蠕变曲线表现出三个阶段,即衰减阶段、稳定阶段和加速阶段。水固质量比为 2.0 的富水充填材料失稳破坏的临界应力为 1.96 MPa,为其单轴抗压强度的 90%。

(2) 富水充填材料内部主要为钙矾石以及少量铝胶。钙矾石以针簇状、细棒状等形态相互交叉、搭接,填充在空隙中,形成网状结构。网状结构内部存在大量空隙,可以填充大量非结合水。

(3) 在蠕变过程中钙矾石并不会脱去结合水,蠕

变不会对富水充填材料中的结合水含量造成影响。当外界荷载作用达到临界值时,材料结构内部并没有发生结合水的流失。试块在破坏过程中渗出的水应当为非结合水迁移所致。

(4) 非结合水含量损失相对值与所受荷载水平呈线性正相关关系。非结合水的迁移损失导致结构疏松,内部出现更多的空隙,在外界荷载作用下,会迅速被压密,产生较大变形,导致充填体的局部失稳,进而影响采空区充填体的整体稳定。

参 考 文 献

- [1] Sun H H , Huang Y C , Yang B G. *The Contemporary Technology of Cemented Backfilling*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2002
(孙恒虎, 黄玉诚, 杨宝贵. 当代胶结充填技术. 北京: 冶金工业出版社, 2002)
- [2] Feng G M. *Research on the Superhigh-water Packing Material and Filling Mining Technology and Their application*. Xuzhou: China University of Mining and Technology, 2009
(冯光明. 超高水充填材料及其充填开采技术研究与应用. 徐州: 中国矿业大学, 2009)
- [3] Feng G M , Ding Y , Zhu H J , et al. Experimental research on a superhigh-water packing material for mining and its micromorphology. *J China Univ Min Technol*, 2010, 39(6) : 813
(冯光明, 丁玉, 朱红菊, 等. 矿用超高水充填材料及其结构的实验研究. 中国矿业大学学报, 2010, 39(6) : 813)
- [4] Feng G M , Sun C D , Wang C Z , et al. Research on goaf filling methods with super high-water material. *J China Coal Soc*, 2010, 35(12) : 1963
(冯光明, 孙春东, 王成真, 等. 超高水材料采空区充填方法研究. 煤炭学报, 2010, 35(12) : 1963)
- [5] Ding Y , Feng G M , Wang C Z. Experimental research on basic properties of superhigh-water packing material. *J China Coal Soc*, 2011, 36(7) : 1087
(丁玉, 冯光明, 王成真. 超高水充填材料基本性能实验研究. 煤炭学报, 2011, 36(7) : 1087)
- [6] Yang N R , Zhong B Q , Dong P , et al. Ettringite formation and conditions for its stability. *J Chin Ceram Soc*, 1984 , 12(2) : 155
(杨南如, 钟白茜, 董攀, 等. 钙矾石的形成和稳定条件. 硅酸盐学报, 1984 , 12(2) : 155)
- [7] Chen X T , Zou R Z , Chen X R. Study on mechanism of carbonation on the surface of ettringite. *J Chin Ceram Soc*, 1994 , 22(5) : 470
(陈贤拓, 邹瑞珍, 陈霄榕. 钙矾石表面碳化反应机理研究. 硅酸盐学报, 1994 , 22(5) : 470)
- [8] Song C Y , Cheng X L , Wang Z L. Weathering mechanism of ettringite. *J Univ Sci Technol Beijing*, 1999 , 22(5) : 459
(宋存义, 程相利, 汪增乐. 钙矾石材料硬化体风化机理. 北京科技大学学报, 1999 , 22(5) : 459)
- [9] You B K , Xi Y Z. Physical and chemical properties of ettringite and durability of concrete. *China Build Mater Sci Technol*, 2002 (3) : 13

- (游宝坤,席耀忠. 钙矾石的物理化学性能与混凝土的耐久性. *中国建材科技*,2002(3): 13)
- [10] Chen H L, Wang Y P. Study on gel-modification of high-water material based on sulphaaluminate cement. *Min Res Dev*, 2009, 29(6): 43
(陈洪令,王玉平. 硫铝酸盐基高水材料的凝胶化改性研究. *矿业研究与开发*,2009,29(6): 43)
- [11] Zhang W S, Li B X, Zhou M K. Gelation, gel structure and stability of high water filling material. *Chin J Nonferrous Met*, 1998, 8(Suppl 2): 185
(张文生,李北星,周明凯. 高水充填材料的胶凝、浆体结构和稳定性. *中国有色金属学报*,1998,8(增刊2): 185)
- [12] Li J H, Wang Z, Zhou L X, et al. Study on the strength and microstructure of sulpholuminate cement-based material with high water content. *Mater Sci Technol*, 2004, 12(1): 8
(李家和,王政,周丽雪,等. 硫铝酸盐基高水材料强度与微观结构研究. *材料科学与工艺*,2004,12(1): 8)
- [13] Si Z M. Studies on the performance and hydration-hardening mechanism of high-water materials. *J Shandong Inst Build Mater*, 1996, 10(3): 72
(司志明. 高水材料的性能研究及其水化硬化机理探讨. *山东建材学院学报*,1996,10(3): 72)
- [14] Peng M X, Jiang J H, Zhang X, et al. Effect of composition on the performance and microstructures of mining high-water solidified materials. *Miner Eng Res*, 2011, 26(3): 56
(彭美勋,蒋建宏,张欣,等. 矿用高水材料的组分对其性能与微结构的影响. *矿业工程研究*,2011,26(3): 56)
- [15] Xie H, Liu C W. Analysis on influence of moisture content on deformation characteristics of the high-water-content material stone. *J Sichuan Univ Eng Sci Ed*, 2013, 45(Suppl 1): 1
(谢辉,刘长武. 含水率对高水材料结石体变形特性的影响分析. *四川大学学报(工程科学版)*,2013,45(增刊1): 1)
- [16] Yang X. *The Creep Constitutive Model of Backfill and Engineering Application* [Dissertation]. Ganzhou: Jiangxi University of Science and Technology, 2011
(杨欣. 充填体蠕变本构模型及其工程应用[学位论文]. 赣州: 江西理工大学,2011)
- [17] Sun C D, Zhang D S, Wang X F, et al. Large-size test on creep characteristics of high-water material for filling body beside roadway. *J Min Saf Eng*, 2012, 29(4): 487
(孙春东,张东升,王旭锋,等. 大尺寸高水材料巷旁充填体蠕变特性试验研究. *采矿与安全工程学报*,2012,29(4): 487)
- [18] Yang J J, Guan Z F, Yu H Y, et al. The structure variance of ettringite in different hydrothermal conditions. *J Chin Ceram Soc*, 1997, 25(4): 470
(杨久俊,管宗甫,余海燕,等. 钙矾石在湿热环境下结构变异性的研究. *硅酸盐学报*,1997,25(4): 470)