

DOI: 10.11779/CJGE2022S1032

基于核磁共振的级配土孔隙结构及冻结特性试验研究

刘倩倩^{1, 2}, 蔡国庆^{*1, 2}, 韩博文², 秦宇腾², 李 舰²

(1. 北京交通大学城市地下工程教育部重点实验室, 北京 100044; 2. 北京交通大学土木建筑工程学院, 北京 100044)

摘 要: 级配土体孔隙水的冻结特征是研究冻土路基水热迁移、冻胀等问题的基础。基于核磁共振技术(NMR), 分析了细粒土类型、细粒土含量、最大粒径对级配土孔隙特征与冻融特性的影响规律。结果表明: ①级配土的孔隙结构与细粒土类型、含量密切相关, 随着黏土含量的降低, 土样孔隙分布逐渐由单峰向双峰转变; ②最大粒径对级配土 SFCC 的影响相对较小, 细颗粒类型、含量是控制未冻水含量的重要因素; ③孔隙水的冻结从大孔隙逐渐向小孔隙发展, 而融化时恰恰相反, 冻结和融化过程存在明显的滞后现象。经过一次冻融循环后, 土体孔隙结构产生了微小变化, 中小孔隙减小而大孔隙增多。

关键词: 级配土; 核磁共振; 冻融循环; 冻结特征曲线; 未冻水含量; 孔隙结构

中图分类号: TU445 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-4548(2022)S1-0178-05

作者简介: 刘倩倩(1994—), 女, 博士研究生, 主要从事非饱和土力学、冻土等方面的研究。E-mail: 19115034@bjtu.edu.cn。

Experimental study on pore structure and freezing characteristics of graded soils based on NMR

LIU Qian-qian^{1, 2}, CAI Guo-qing^{1, 2}, HAN Bo-wen², QIN Yu-teng², LI Jian²

(1. Key Laboratory of Urban Underground Engineering of Ministry of Education, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China;

2. School of Civil Engineering and Architecture, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China)

Abstract: The freezing characteristics of pore water is the basis for studying the moisture and heat transfer and frost heave of frozen roadbeds. Based on the nuclear magnetic resonance (NMR) technology, the effects of the fine-grained soil type, the fine-grained soil content and the maximum particle size on the freezing characteristics of graded soils are analyzed. The results show that the pore structure of the graded soils is highly related to the fine-grained soil type and content, and the pore distribution of the soil samples gradually changes from single peak to bimodal one as the clay content decreases. The influences of the maximum particle size on SFCC of the graded soils are relatively small, and the type and content of the fine particles are the important factors to control the unfrozen water content. The freezing of pore water gradually develops from large pores to small ones, while it is the opposite during thawing, and there is an obvious hysteresis between the freezing and thawing processes. After a freeze-thaw cycle, the pore structure of the soils changes slightly, the small and medium pores decrease and the large pores increase.

Key words: graded soil; nuclear magnetic resonance; freeze-thaw cycle; freezing characteristic curve; unfrozen water content; pore structure

0 引 言

冻结特征曲线(SFCC)定义为未冻水含量与温度的关系曲线, 是研究冻土本构、水热迁移、冻胀等问题的重要物理参数。Michalowski 等^[1]、徐敦祖等^[2]提出了多种形式的未冻水含量与温度的经验公式。然而, 经验公式的参数普遍不具有物理意义, 计算结果误差很大。Zhang 等^[3]将土-水特征曲线(SWCC)模型中的孔隙水压力与 Clapeyron 方程中的孔隙水压力等效, 建立了 SFCC 的数学表达。但是 Clapeyron 方程不能考虑孔隙水中冰点的降低, 在冻土中的适用性和有效

性需进一步验证。目前, 高铁冻土路基的理论数值分析多采用经验公式确定未冻水含量, 参数选取多基于单一土性细粒土的试验数据。然而, 路基填料为级配土, 孔隙结构、土性更为复杂, 现有经验公式难以对其冻结特征进行有效表达^[4]。因此, 室内试验仍是获得级配土 SFCC 最为准确且有效的方法。

基金项目: 国家自然科学基金项目(U2034204, 52078031); 北京市自然科学基金项目(8202038); 江苏省隧道与地下工程技术研究中心开放基金项目(2021-SDJJ-04)

收稿日期: 2022-09-25

***通信作者** (E-mail: guoqing.cai@bjtu.edu.cn)

常用的 SFCC 测试方法有热量法、时域反射法 (TDR)、核磁共振测试法 (NMR) 等。谭龙等^[5]利用 NMR 技术获得了土体的 SFCC, 结果表明, 同一温度下黏土、粉土、砂土的未冻水含量依次减小。Kong 等^[6]通过试验得到土样的比表面积越大越难以冻结。寇璟媛等^[7]利用 NMR 技术分析了冻融循环次数对粉土、黏土 SFCC 的作用规律。上述研究表明, 土质、冻融循环等均会影响土体的未冻水含量。然而, 现有研究多针对单一细粒土, 未考虑细粒土类型及含量、最大粒径等因素对土体冻结特性的影响, 对级配土冻结过程孔隙水的分布特征尚未有明确的认识。

本文按照一定级配, 制备了不同细粒土类型、细粒土含量和最大粒径的试验土样, 采用核磁共振技术探究了级配土样冻结特性的影响因素及演化规律。

1 试验材料

试验砾石 (5~2 mm) 采自河北省某天然矿场, 为玄武岩。砂粒 (2~0.075 mm) 采用天然河砂。细粒土 (<0.075 mm) 为粉质黏土和黏土, 分别取自青藏地区和辛泰铁路济南段, 基本性质见表 1。图 1 展示了试样的级配曲线, 设置细颗粒含量分别为 100%, 60%, 30%, 15% 的 4 种级配类型, 试样土样的具体制备方案见表 2。

寒区高速铁路路基填料通常采用 A/B 组填料, 细颗粒含量一般小于 15%。依据《铁路路基施工规范》(TB 10202—2002), CL15 和 CL15-G 不均匀系数 C_u 分别为 27.62 和 53.43, 曲率系数 C_c 分别为 2.40 和 2.38, 级配良好, 均属于 A 组填料。

表 1 细粒土基本物理性质

Table 1 Basic physical properties of fine-grained soils						
细粒土 类型	颗粒相对 质量密度 G_s	液限 w_L /%	塑限 w_p /%	塑性 指数 I_p	最优含 水率 $w_{op}/\%$	最大干密 度 $\rho_{d,max}$ /($g \cdot cm^{-3}$)
黏土	2.73	46.1	22.4	23.7	20.41	1.635
粉质黏 土	2.73	26.8	14.3	12.4	15.20	1.746

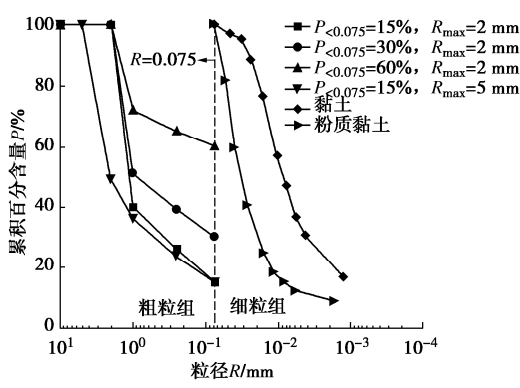


图 1 颗粒级配曲线

Fig. 1 Grain-size distribution curves of particles

表 2 试样制备方案

土样 编号	各粒组(mm)的质量分数 /%			最大 粒径	细粒土 (<0.075) 类型	饱和含 水率 /%
	砾粒	砂粒	细粒			
	5~2	2~0.075	<0.075			
CL	0	0	100	0.075		39.2
CL60	0	40	60	2		25.7
CL30	0	70	30	2	黏土	20.2
CL15	0	85	15	2		18.3
CL15-G	51	34	15	5		17.3
SC	0	0	100	0.075	粉质黏土	29.8
SC60	0	40	60	2		20.5

2 试验方法

2.1 核磁共振试验仪器及原理

试验仪器采用纽迈 MesoMR 中尺寸核磁共振岩石微结构分析仪。横向弛豫时间 T_2 定义为横向磁化矢量衰减至最大值的 37% 时对应的特征时间, 是核磁共振检测的主要目标。 T_2 与原子核所在分子的运动性有关, 在不同孔径中 T_2 值各不相同, 假设所有孔隙形状为球形, T_2 与孔隙半径存在以下对应关系^[5]:

$$\frac{1}{T_2} = \rho_2 \left(\frac{S}{V} \right)_{\text{pore}} = \rho_2 \frac{3}{R} \quad (1)$$

式中 S , V 分别为特征孔隙的表面积和体积; R 为孔隙半径; ρ_2 为表面弛豫系数, 是与土性相关的常数。因此, T_2 与土体孔隙半径呈正比关系, 可以反映孔隙水在多孔介质中的分布。

采用正温区实测数据绘制顺磁线性回归线, 并将其延长至负温区。某一负温下的未冻水含量为^[5]

$$w_u = w \frac{A}{B} \quad (2)$$

式中, w_u 为未冻水含量 (%), w 为总含水率, A , B 分别为某一温度对应的检测回波信号首峰值和顺次回归线计算信号值。

2.2 试样制备及试验过程

按照图 1 颗粒级配曲线将不同粒径的土颗粒混合均匀, 喷洒蒸馏水搅拌, 装入密封袋焖料 12 h。利用自制制样器制备 7 种试样, 高度 2 cm, 直径 4.5 cm。制备完成后, 抽真空饱和 12 h, 饱和含水率见表 2。为保证试验过程中含水率恒定, 采用保鲜膜对饱和土样进行包裹。

为获得土体冻融过程中未冻水含量与温度的关系曲线, 设置降温路径为 20→15→10→5→0→-0.5→-1→-1.5→-2→-2.5→-3→-4→-5→-6→-10→-20℃, 升温路径为 -20→-10→-5→-3→-2→-1.5→-1→-0.5→0→0.5℃。将饱和土样放置到低温冷浴箱内至少 6 h, 达到目标温度后, 迅速放置到 NMR 试样管内进行检测。重复上述步骤, 直至完成所有温度测试点。

3 试验结果

3.1 常温条件下土样的孔隙分布特征

由式(1)可知,当土体为饱和状态时, T_2 与孔隙尺寸存在正比关系。因此,利用该方法能够快速、无损地获得土样的孔径分布。图2展示了正温条件下不同黏土含量饱和试验土样的 T_2 时间分布曲线。基于现有研究,设定 T_2 阈值为3 ms,将孔隙区分为大孔隙和小孔隙^[4]。可以得到,纯黏土试样表现为单峰孔隙特征。随着黏土含量的降低,土样小孔隙减少,大孔隙增加,逐渐呈现出明显的双峰孔隙特征。当黏土含量降低至15%时,土样中大孔隙占主导地位。 T_2 分布曲线同时也反映了饱和试样中孔隙水的分布特征。假设大孔隙中水分均为自由水,而小孔隙中为吸附水。随着黏土含量减少,自由水逐渐增多,而吸附水显著降低。这与黏土的颗粒性质密切相关,黏土比表面积较大且具有较强的吸附能力,因此黏土颗粒含量越多,吸附水含量明显增加。

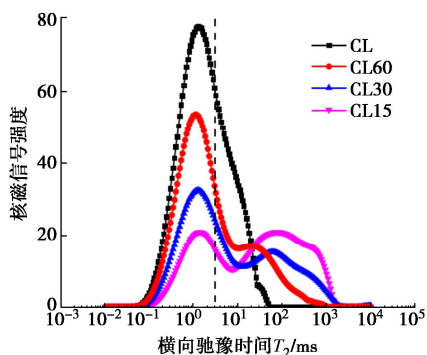


图2 不同黏土含量试样的 T_2 时间分布曲线

Fig. 2 T_2 time distribution curves of samples with different clay contents

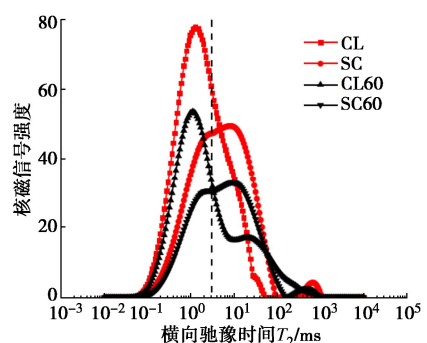


图3 不同细粒土类型试样的 T_2 时间分布曲线

Fig. 3 T_2 time distribution curves of samples with different fine-grained soil types

图3对比了不同细粒土类型饱和土样的 T_2 分布曲线。由图3可知,CL和SC均呈现明显的单峰孔隙结构,SC的孔隙相对较大。当细粒土含量降低至60%时,CL60仍然具有较多的小孔隙,以吸附水为主,

而SC60中存在更多的自由水。这说明细粒土类型对级配土的孔隙结构及水的赋存形式具有显著影响。图4展示了最大粒径分别为2和5 mm试验土样的 T_2 分布曲线。由图可知,CL15-G和CL15的孔隙结构差异相对较小,均以大孔隙为主。这是由于CL15-G和CL15具有相同的细粒土含量和类型,级配曲线的曲率系数以及饱和含水率相差不大。在上述条件下,最大粒径对土体孔隙的影响相对较小。

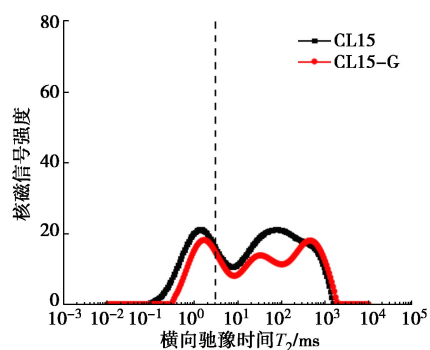


图4 不同最大粒径试样的 T_2 时间分布曲线

Fig. 4 T_2 time distribution curves of samples with different maximum particle sizes

3.2 冻结特征曲线

(1) 细颗粒类型对冻融过程未冻水的影响

图5展示了黏土和粉质黏土两种细粒土在冻融过程中的冻结特征曲线。由图5可知,冻结过程中SFCC呈现明显的分段特征,大致可划分为3个阶段:Ⅰ过冷阶段、Ⅱ快速冻结阶段、Ⅲ稳定冻结阶段。①第Ⅰ阶段,温度降低至负温,液态水未发生相变,呈现出过冷现象。在该阶段,黏土的未冻水含量明显高于粉质黏土,这是由于黏土颗粒较小,具有较好的持水能力,饱和含水率高。②第Ⅱ阶段,土体大孔隙中的水分迅速冻结。由于黏土比表面积较大,具有较多的薄膜水和小孔隙,因此其未冻水含量仍保持较高水平。③第Ⅲ阶段,极小孔径中的孔隙水和附着在土颗粒表面的吸附水越来越难以冻结,未冻水含量缓慢降低并逐渐趋向稳定。温度达到 -20°C 时,黏土仍有3.2%的未冻水,而粉质黏土中未冻水含量降至0.6%。在融化过程中,随着温度升高,黏土和粉质黏土未冻水含量缓慢升高。当到达冻结温度附近时,未冻水含量变化剧烈,但仍有部分冰晶处于冻结状态。温度升高至 0.5°C 时,黏土和粉质黏土的冰体完全融化。

图6对比了细粒土含量为60%时,不同细粒土类型级配土的冻结特征曲线。从图中可以直观地看到,CL60、SC60的未冻水含量变化规律分别与CL、SC相类似。相同温度条件下,CL60与SC60未冻水含量最大差值可达10%。对试样进一步开展冻结温度试验,获得CL60、SC60的过冷温度分别为 -2.22°C 、 -2.08°C 。因此,两种土样均在 $-2^{\circ}\text{C}\sim-3^{\circ}\text{C}$ 快速冻结,未冻水含

量大幅降低。另外, CL 和 CL60 冻结曲线和融化曲线的滞后现象比 SC 和 SC60 更显著, 这说明细粒土类型是影响级配土 SFCC 的重要因素。

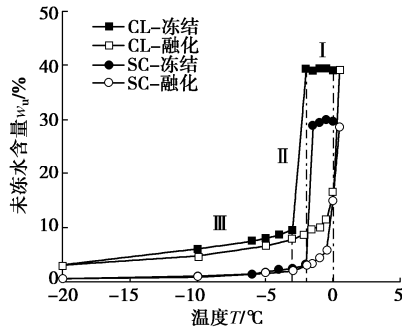


图 5 细粒土未冻水含量与温度的关系

Fig. 5 Relationship between unfrozen water content and temperature in fine-grained soils

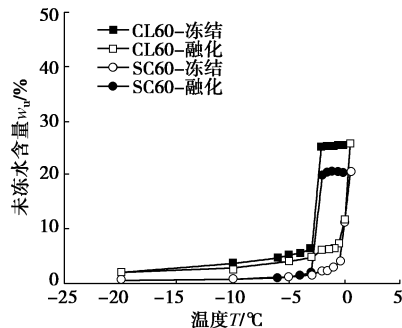


图 6 不同细粒土类型级配土样的 SFCC

Fig. 6 SFCCs of graded soil samples with different fine-grained soil types

(2) 细颗粒含量对冻融过程未冻水的影响

图 7 是黏土含量为 60%, 30%, 15% 饱和试验土样的冻结特征曲线。由图 7 可知, ①黏土含量越高, 其饱和含水率越大, 负温条件下的未冻水含量越大。②CL60、CL30、CL15 土样均在 $-2^{\circ}\text{C} \sim -3^{\circ}\text{C}$ 快速冻结, 未冻水含量大幅降低。这是由于 3 种土样的过冷温度相差不大, 在较短的温度范围内, 大部分的自由水围绕晶核排列, 形成稳定的冰晶。③不同黏土含量的土样未冻水含量趋向平稳, 但整体上随着黏土含量减小, 相应的稳定段斜率逐渐减小。④随着黏土含量的减小, 冻结和融化曲线的滞后现象逐渐减弱。当黏土含量为 15% 时, 在稳定冻结阶段的冻结和融化曲线基本重合。这说明黏粒含量是影响滞后现象的重要原因。

(3) 最大颗粒粒径对冻融过程未冻水的影响

图 8 对比了最大粒径分别为 2, 5 mm 饱和试验土样的冻结特征曲线。可以明显的看出, CL15 与 CL15-G 的冻结和融化曲线整体上相类似。这说明在级配土体孔隙结构相类似的情况下, 最大粒径对级配土体未冻水含量的影响相对较小, 细颗粒类型、含量是控制未冻水含量的最主要因素。在工程中, 路基填料的最大粒径可达 20 mm 以上, 而大尺寸土颗粒不能满足 NMR

试验的制样要求, 无法开展相关测试。因此, 在一定条件下, 将路基填料中的大尺寸土颗粒进行等量替换, 可近似得到路基填料的冻结特征曲线。

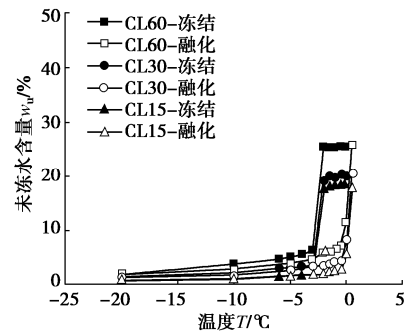


图 7 不同细粒土含量级配土样的 SFCC

Fig. 7 SFCCs of graded soil samples with different fine-grained soil contents

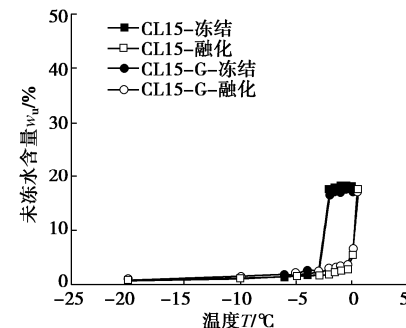


图 8 不同最大颗粒粒径级配土样的 SFCC

Fig. 8 SFCCs of graded soil samples with different maximum particle sizes

3.3 土样冻融过程中的未冻水分布

为了深入研究冻融过程中土样未冻水的分布特征, 本节以不同黏土含量的土样为例, 重点分析了冻结和融化时孔隙水相变的微观过程。图 9 展示了黏土含量分别为 60%, 30%, 15% 时, 饱和土样在冻融过程中的 T_2 时间分布曲线。由图 9 可知, 当温度降至 -3°C 时, 大孔隙中的未冻水基本为零, 这说明土体冻结从大孔隙中的自由水开始。随着温度进一步降低, 小孔隙中的吸附水以及土颗粒表面的薄膜水逐渐发生相变。这是由于不同孔隙结构、不同类型的孔隙水存在明显的势能差异, 凝固点各不相同, 因此, 土体孔隙水的冻结是逐渐发展而不是瞬间完成的, 即使达到极低的温度, 仍然会有部分吸附水难以冻结。在土样融化时, 小孔隙中的冰晶首先开始融化, 未冻水含量呈现缓慢上升的趋势。经过一次冻融过程后, 土样的孔隙结构产生了微小变化, 小孔隙减小而大孔隙明显增多。这是由于孔隙水结晶后体积膨胀, 产生冻胀变形, 促进了小、中孔隙进一步发育为大孔隙。

对比图 9 (a) ~ (c) 可以明显看出, 相同温度时, 冻结和融化 T_2 分布曲线存在差异, 随着黏土含量的减小, 这种差异逐渐减小, 这与冻融过程中冻结特

征曲线的滞后现象相一致。产生滞后现象的主要原因有：①冻结过程存在过冷阶段，而融化过程不存在类似现象；②相同孔径下，孔隙水的融化温度高于冻结温度^[7]；③冻胀改变了原有的孔隙结构，小孔隙减小，大孔隙增多，造成相应孔隙的水量发生改变。在冻土数值和理论分析中，通常忽略土体的过冷和滞后现象，然而对于黏粒含量较高的土体，冻结和融化过程中未冻水含量差异十分显著，应当给予充分考虑。

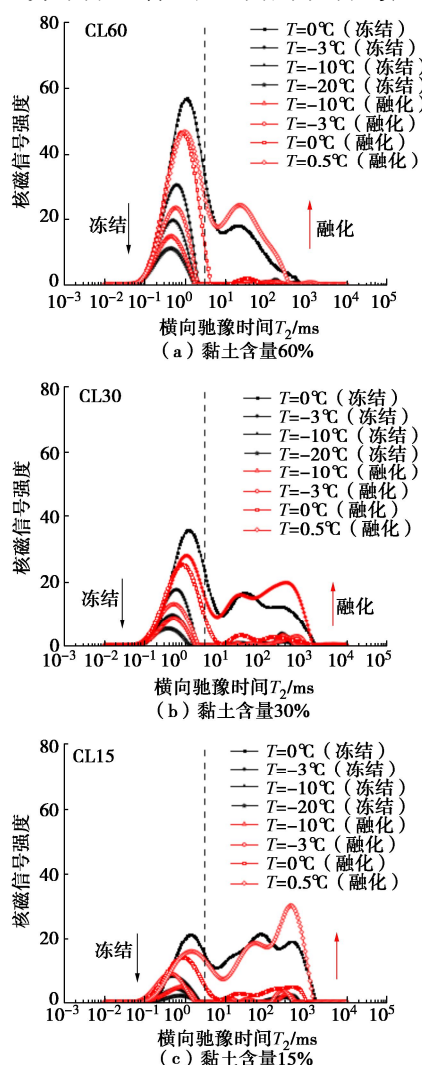


图9 冻融过程中不同黏土含量土样的 T_2 时间分布曲线
Fig. 9 T_2 time distribution curves of soil samples with different clay contents during freeze-thaw

4 结 论

(1) 级配土孔隙特征与细粒土含量、类型密切相关。当细粒土类型、含量相同，级配曲线曲率系数相差不大时，最大粒径对土体孔隙结构的影响相对较小。

(2) 细粒土类型、含量是控制级配土冻结特征曲线的主要因素。细粒土含量相同时，细粒土为粉质黏土的级配土样未冻水含量小于黏土试样。细粒土类

型相同时，随着细粒土含量的减小，未冻水含量逐渐降低，冻结和融化曲线之间的滞后现象明显减弱。

(3) CL15 与 CL15-G 的冻结和融化曲线整体上相类似。这说明当细粒土类型、含量相同时，最大颗粒粒径对土体冻结特征的影响相对较小。

(4) 土体孔隙水的冻结是从大孔隙逐渐向小孔隙发展，而融化时恰恰相反。经过一次冻融过程后，小孔隙减小而大孔隙增多。这是由于孔隙水结晶后体积膨胀，产生冻胀变形，促进了小、中孔隙进一步发育为大孔隙。

参考文献：

- [1] MICHALOWSKI R L, ZHU M. Frost heave modelling using porosity rate function[J]. International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics, 2006, **30**(8): 703 - 722.
- [2] 徐敦祖, 王家澄, 张立新. 冻土物理学[M]. 北京: 科学出版社, 2010. (XU Xiao-zu, WANG Jia-cheng, ZHANG Li-xin. Frozen soil physics[M]. Beijing: Science Press, 2010. (in Chinese))
- [3] ZHANG S, TENG J, HE Z, et al. Canopy effect caused by vapour transfer in covered freezing soils[J]. Géotechnique, 2016, **66**(11): 927 - 940.
- [4] CHEN Y Q, ZHOU Z F, WANG J G, et al. Quantification and division of unfrozen water content during the freezing process and the influence of soil properties by low-field nuclear magnetic resonance[J]. Journal of Hydrology, 2021, **602**: 126719.
- [5] 谭 龙, 韦昌富, 田慧会, 等. 冻土未冻水含量的低场核磁共振试验研究[J]. 岩土力学, 2015, **36**(6): 1566 - 1572. (TAN Long, WEI Chang-fu, TIAN Hui-hui, et al. Experimental study of unfrozen water content of frozen soils by low-field nuclear magnetic resonance[J]. Rock and Soil Mechanics, 2015, **36**(6): 1566 - 1572. (in Chinese))
- [6] KONG L M, YU A L, LIANG K, et al. Influence of bimodal structure on the soil freezing characteristic curve in expansive soils[J]. Cold Regions Science and Technology, 2022, **194**: 103437.
- [7] 寇璟媛, 马新岩, 滕继东, 等. 基于孔隙结构的土体未冻水含量滞后效应研究[J]. 中国公路学报, 2020, **33**(9): 115 - 125. (KOU Jing-yuan, MA Xin-yan, TENG Ji-dong, et al. Hysteresis effect of unfrozen water content in soil based on pore structure[J]. China Journal of Highway and Transport, 2020, **33**(9): 115 - 125. (in Chinese))