

文章编号: 1673-3363-(2015)01-0042-07

煤矿膏体充填材料性能随龄期变化的试验研究

戚庭野, 冯国瑞, 郭育霞, 张玉江, 任昂, 康立勋, 郭军

(太原理工大学矿业工程学院, 山西 太原 030024)

摘要 煤矿膏体充填材料(CPBM)由煤矸石、粉煤灰、水泥和水为原料混合而成。为了了解各原料的性质,对煤矸石和粉煤灰的矿物组成、化学成分进行了分析,对固定配比CPBM在不同龄期的抗压强度、孔隙率和电阻率性能进行了研究,测定和观测7,14和28 d的矿物成分和微观结构;针对抗压强度、孔隙率、电阻率和水化过程之间存在的相关性进行了深入探讨。结果表明:1)随龄期的增长,CPBM抗压强度增强,毛细孔减少,孔隙率降低,电阻率增长。2)CPBM原料之间进行水化反应和火山灰反应,生成物是氢氧化钙、C-S-H凝胶和钙矾石。氢氧化钙晶体只存在于7 d龄期的CPBM中,14 d和28 d并未发现氢氧化钙晶体,钙矾石在28 d时化学表达式种类和晶体数量较7 d和14 d时明显增多,并且钙矾石晶体结构随龄期增加呈细长状生长。3)水化反应和火山灰反应是CPBM性能随龄期变化的根本原因,并且性能之间存在着相互联系。

关键词 膏体充填材料; 抗压强度; 孔隙率; 电阻率; 水化反应和火山灰反应

中图分类号 TD 823.7 **文献标志码** A **DOI** 10.13545/j.cnki.jmse.2015.01.007

Experimental study on the changes of coal paste backfilling material performance during hydration process

QI Tingye, FENG Guorui, GUO Yuxia, ZHANG Yujiang, REN Ang, KANG Lixun, GUO Jun

(College of Mining Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan, Shanxi 030024, China)

Abstract Coal paste backfilling material (CPBM) is composed of coal gangue, flyash, ordinary portland cement and tap water. In order to identify the properties of each raw material, the mineral composition, chemical composition of coal gangue flyash have been analyzed; the compressive strength, porosity and electrical resistivity have been studied at different curing times. The samples taken from curing time of 7 d, 14 d and 28 d, have been evaluated for their mineral composition and microstructure. The law of CPBM property with increasing curing time has been analyzed, and the correlation among the compressive strength, porosity, resistivity and hydrating process has also been deeply discussed. The results indicate that firstly, with the curing time increasing, compressive strength and electrical resistivity are increasing, while porosity and small pore content are reducing. Secondly, hydrated and pozzolanic reaction occur in the change of CPBM property, with calcium hydroxide, C-S-H gel and ettringite being the reaction products. The calcium hydroxide crystal is only found at the curing time of 7 d, not at 14 d and 28 d, and the types and quantities of ettringite crystal at 28 d are more than at 7 d and 14

收稿日期: 2013-08-12

基金项目: 国家自然科学基金项目(51174142, 51422404); 国家“十二五”科技支撑计划项目(2009BAB48B02); 教育部新世纪优秀人才支持计划项目(NCET-11-1036); 霍英东教育基金项目(132023); 教育部博士点基金项目(2012402120013); 山西省研究生优秀创新项目; 山西省科技成果推广项目(2013071050)

作者简介: 戚庭野(1984—), 男, 吉林省集安市人, 博士研究生, 从事电法勘探和绿色开采方面的研究。

通信作者: 冯国瑞

E-mail: fguorui@163.com

Tel: 0351-6010177

d. The crystal structure of 28 d presented more slender with the curing time increasing. Thirdly, the hydrated and pozzolanic reaction are the two primary reasons causing the change of performance of CPBM strength with the change of curing time. Moreover, there is some interrelation between the performances.

Key words paste backfilling material; compressive strength; porosity; electrical resistivity; hydrated and pozzolanic reaction

煤矿开采形成采空区会导致地表沉陷，产生固体废弃物堆积地表，占用土地资源，污染环境^[1-2]。将这些固体废弃物资源化加工成膏体充填材料输送到采空区支撑上覆岩层，既减少固体废弃物对环境的污染，又能缓减甚至抑制地表沉陷，并且能实现循环利用，降低支出费用^[3-5]。煤矿膏体充填材料中常用煤矸石、粉煤灰和水泥作为原材料，其特点是成本低、没有质量稳定的尾砂作集料、早期强度要求高^[6]。一些学者对煤矿膏体充填材料的性能做过研究^[7-8]，张新国^[9]研究了膏体充填材料的配比试验和早期水化反应机理，周华强等^[10]通过正交试验和线性回归，得出影响膏体充填体强度和坍落度的因素及回归函数。但上述研究主要是通过不同配比的抗压强度和流变特性试验，提出最优配比方案，而针对煤矿膏体充填材料的电阻率性能、水化反应和火山灰反应微观机理以及 2 种反应与性能的相互关系研究较少。了解 CPBM 电阻率特性为电法勘探膏体充填效果提供理论依据，对 2 种反应与性能的相互关系研究有助于分析性能变化的内在原因。

本文研究了煤矿膏体充填材料的力学性能、电学性能、微观结构以及水化反应和火山灰反应随龄期增长的变化规律，探究了它们之间的相互关系，对于掌握煤矿充填材料的各种性能和性能变化的内在原因具有重要意义。

1 材料和方法

1.1 煤矸石

煤矸石为汾西矿业集团新阳矿采煤排出的矸石，未脱水干燥处理，含水量大约为 15%。破碎后分别用筛孔直径为 15，10，5 mm 的筛网过滤、筛分，其中 0~5 mm 为细矸石集料，5~10 mm 为中矸石集料，10~15 mm 为粗矸石集料。通过筛分法确定细矸石的粒径分布，因缺乏对充填材料集料的粒级级配和物理性质测定的标准，参照《普通混凝土用砂、石质量及检验方法标准》(JGJ 52—2006)分析计算表明：细矸石(0~5 mm)的细度模数 μ 为 3.02，中、粗矸石(5~15 mm)为连续粒级。

采用德国布鲁克(AXS)公司的 D8 ADVANCE 对煤矸石的矿物成分进行 XRD 测定，如图 1a 所示，采用美国 Thermo Fisher Scientific 公司的 Thermo iCAP 6300 电感耦合等离子体发射光谱仪测定化学成分，如表 1 所示。

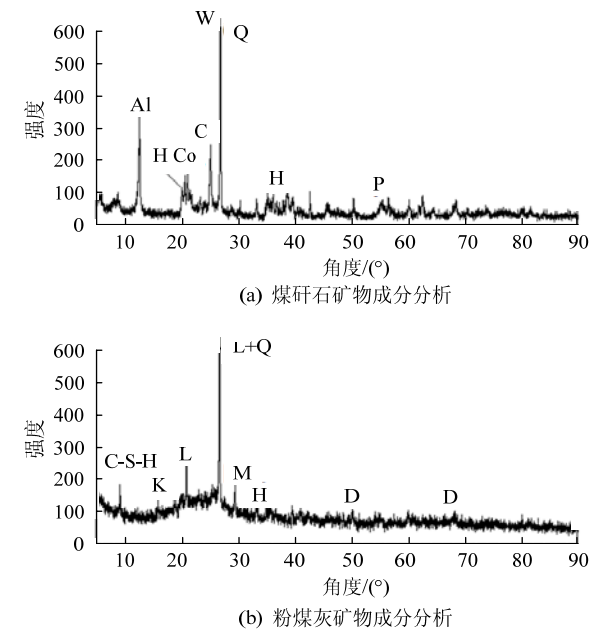


图 1 XRD 矿物成分分析
Fig.1 XRD result

表 1 原料的化学组成和物理性质
Table 1 Chemical composition and physical properties of the various materials

项目	水泥	粉煤灰	矸石
SiO ₂ /%	22.27	52.42	35.46
Al ₂ O ₃ /%	5.59	32.48	16.11
Fe ₂ O ₃ /%	3.47	3.62	3.86
CaO/%	65.90	3.05	7.15
MgO/%	0.81	1.01	3.50
TiO ₂ /%	—	1.26	0.80
密度/(g·cm ⁻³)	3.1	2.2	2.0
比表面积/(cm ² ·g ⁻¹)	349	415	—
细度(>45 μm)/%	5	42.54	—
含水率/%	—	0.56	15
烧失度/%	2	3.8	—
凝固时间/min	初凝	165	—
	终凝	231	—
抗压强度/MPa	3 d	18.4	—
	28 d	46.4	—

1.2 胶结材料和水

试验所选用的胶结材料是普通硅酸盐水泥和粉煤灰,化学成分和物理性质如表 1 所示。水泥来自太原狮头水泥股份有限公司的普通硅酸盐 42.5 级,粉煤灰取自汾西矿业集团有限责任公司发电厂,矿物成分通过 XRD 测定,如图 1b 所示。水是普通自来水,试验不考虑水中的离子对充填材料水化过程造成的影响。由图 1 和表 1 可知煤矸石和粉煤灰中含有能够参与火山灰反应的活性 SiO_2 , Al_2O_3 和 Fe_2O_3 。

1.3 试验方法

考虑充填材料对泌水率、坍落度和强度的要求,经过一些学者大量试验^[11-12],本次试验确定原料配比:细矸石占总的矸石含量为 30%,用量为 285 kg/m^3 ,中、粗矸石含量占总的矸石含量均为 35%,用量为 332.5 kg/m^3 ,水泥和粉煤灰的用量分别为 190 kg/m^3 和 380 kg/m^3 ,水用量为 380 kg/m^3 ,质量分数为 80%。

原料混合后,采用机械搅拌,然后装入 $100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ 的试模用于测试抗压强度,装入 $70 \text{ mm} \times 70 \text{ mm} \times 70 \text{ mm}$ 的试模用于测试电阻率及孔隙率和 XRD 衍射、扫描电镜试验。试件浇筑后放入养护室养护,养护室的温度为 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$,湿度为 40%。抗压强度、孔隙率和电阻率测试均选取 3 个样品,数据取平均值,以保证测试结果稳定。

样品的制备:在规定的测试龄期,取试块在无水乙醇液体中浸泡 24 h,以阻止充填材料的继续水化;然后将试块取出,放入温度为 105°C 的烘箱内烘烤 16 h,烘干试块内的水分;为了保证取样的均一性,用剪刀破碎,取试块内中上部分的浆体。MIP 和 XRD 测试分别选取浆体 0.2 g 颗粒和 2 g 粉末,将 $0.2 \sim 0.3 \text{ g}$ 粉末用导电胶固定于样品台,并在其表面镀金后,放入 FETEM 仪器中进行微观观测。

分别对 3, 7, 14, 28 d 龄期的试块进行抗压强度和电阻率的测试。抗压强度试验标准参照《普通混凝土力学性能试验方法标准》(GB/T 50081—2002),采用 STYE-3000C 型电脑全自动压力试验机,压力速度为 $6.75 \sim 11.25 \text{ kN/s}$ 。电阻率采用温纳偶极装置测定。传统的混凝土电阻率测试中,接触电阻是导致电阻率不稳定的原因之一,为避免接触电阻的影响,用铜板作为两极,在铜板和试块接触面之间,放入浸入饱和硫酸铜溶液的棉布。试验中采用 2 种测试参数,测试电压分别为 1 V 和 2 V,

频率均为 1000 Hz 。采用 MIP, XRD 和 FETEM 对 CPBM 7, 14, 28 d 龄期的孔隙率、矿物组成和微观结构进行测试和观测。MIP 所用的仪器为意大利 CE 生产的 PASCAL140/240, FETEM 观测仪器选用日本电子 JSM-7001F。

2 结果和分析

2.1 CPBM 性能随龄期变化规律

2.1.1 抗压强度

从 CPBM 抗压强度随龄期增长的变化曲线图(图 2)可看出:CPBM 随着龄期的增长,抗压强度呈增加的趋势,3, 7, 14 d 抗压强度分别为 1.53, 2.8, 3.57 MPa, 分别达到 28 d 抗压强度的 27.47%, 50.27%, 64.09%, CPBM 28 d 的抗压强度达到 5.57 MPa。3~28 d 抗压强度都能满足对上覆岩层起支撑作用强度 1.0 MPa 的门槛值^[13-14]。

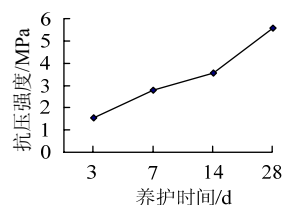


图 2 充填材料抗压强度随龄期的变化

Fig.2 Compressive strength of different curing time

影响 CPBM 抗压强度的主要因素有水泥用量、水灰比、集料级配和强度、水泥石与集料之间的界面结合能力以及养护环境等。CPBM 抗压强度低的原因主要为:1) 水泥的掺量低,水化反应和火山灰反应的生成产物无法有效填充 CPBM 内部的孔隙。2) 中粗粒径的矸石在充填材料中充当骨料,它们相互之间形成支撑网络体系。在外力作用下,着力点就会落在粗矸石群相互接触的支点上,由于矸石为沉积岩,有较为完全的解理和发育的层状结构,若应力方向与层理方向平行,则强度较小。在充填材料内部,矸石呈不规则的排列,若某一矸石颗粒着力点的受力方向与层理方向平行或夹角较小,很容易发生破碎,导致整个充填材料的强度降低。3) 骨料表面的结构和粗糙程度对于水泥浆体的抗压性能也起着至关重要的作用。矸石表面较为光滑,不易于在浆体和骨料之间的界面过渡区形成稳定的胶结结构,不利于增强材料的抗压强度。

2.1.2 孔隙率

从图 3 可知:CPBM 在 7, 14, 28 d 养护时间的总孔隙率分别达到 36.44%, 33.60% 和 30.93%。

随着龄期的增加, 孔隙率虽变化幅度不大, 但总体呈下降趋势。孔隙率的变化主要取决于水化反应和火山灰反应的生成产物对孔隙的填充, 而对反应起主要作用水泥的含量较少, 因此随龄期的增加生成物的量并未产生较大幅度的增长。通过对总孔隙率和抗压强度随龄期变化数据对比, 分析得出两者存在着负相关性, 随龄期的增加, 总孔隙率减小, CPBM 趋于密实, 抗压强度增加。

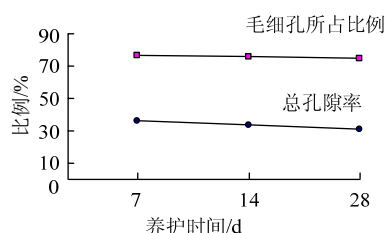


图 3 不同龄期总孔隙率和毛细孔所占比例

Fig.3 The total porosity and the percentage of capillary pore

图 4 显示了 7, 14, 28 d 龄期孔隙直径 0~6 000 nm 范围内百分含量的变化。综合不同龄期的孔径分布特征可知: 0~2 000 nm 范围的内孔径分布较为密集, 且每种孔径所占的含量较少; 2 000~6 000 nm 范围内的孔径分布较为疏松, 且每种孔径所占的含量较多。一般将 200~6 000 nm 孔径的孔隙称为毛细孔, 毛细孔是孔隙水不断消耗、自身蒸发而遗留的空间, 形状并不规则; 0~200 nm 称为凝胶孔, 凝胶孔是反应生成物 C-S-H 凝胶和钙矾石结构内的空间, 孔径较小。经过累计相加, 在 7, 14, 28 d 时, 毛细孔占到整个孔径测试范围(0~6 000 nm)的比例分别为 76.680%, 75.810%和 74.700%(如图 3)。随着龄期的增加, 毛细孔减少, 凝胶孔增多。在水化过程中, 毛细孔不断被水化产物填充、分割, 形成较多的凝胶孔。毛细孔是影响抗压强度变化的主要原因, 而凝胶孔的增多并不会对 CPBM 的抗压强度产生影响。

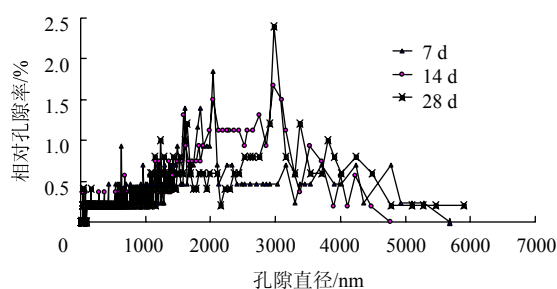


图 4 不同龄期充填材料孔径分布

Fig.4 Pore size distribution of different curing time

2.1.3 电阻率

图 5 为测试电压为 1 V 和 2 V, 频率均为 1 000 Hz 的情况下, CPBM 电阻率随龄期的变化。测试电压为 1 V 时, CPBM 在 3, 7, 14, 28 d 的电阻率分别为 7.87, 37.25, 104.45, 275.68 $\Omega \cdot m$, 随龄期的增长, 电阻率不断提高, 但变化的速度逐渐变缓。测试电压为 2 V 时电阻率变化趋势与电压 1 V 一致。经过测试矽石的电阻率为 $1 \times 10^7 \Omega \cdot m$, 并不是良导体。在充填材料中, 具有导电性能的是充填材料空隙中含有的液体成分, 这些液体是水溶解了水泥、矽石和粉煤灰中的活性离子, 这些孔隙中流动的离子构成了导电网络。随着龄期的增加, 一方面水化产物填充毛细孔使得孔隙率下降以及孔的曲折度上升, 导致离子在 CPBM 多孔介质中的传输能力下降; 另一方面, 水化过程中, 消耗了大量的水分, 一部分水分也逐渐蒸发, 在水中溶解的活性离子参与了水化作用生成了水化产物, 消耗了活性离子的数量。上述两方面原因导致: 随着龄期的增加, 电阻率不断提高。因此, 通过 CPBM 电阻率变化可以反应水化过程中微观结构和溶解的活性离子含量改变。

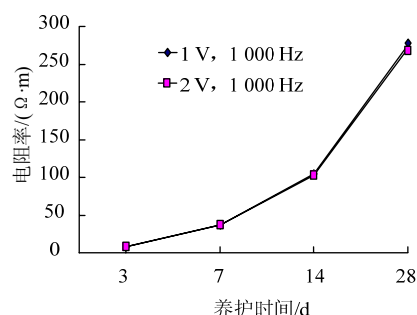


图 5 充填材料的电阻率随龄期的变化

Fig.5 CPBM resistivity at different curing time

2.2 水化反应与火山灰反应随龄期变化规律

CPBM 是由煤矽石、粉煤灰等具有火山灰活性物质构成的低水泥含量复合体。CPBM 水化作用包含了水泥与水作用的水化反应以及由煤矽石和粉煤灰中的活性物质参与的二次水化作用(又称火山灰反应)。CPBM 水化程度的定性分析主要依据 XRD 测定的不同龄期矿物成分和 FETEM 观测的水化产物形态特征。

2.2.1 XRD 对反应产物矿物成分分析

图 6 分别反映了 CPBM 7, 14, 28 d 龄期 XRD 的衍射图谱, 通过物相检索得到矿物组成。

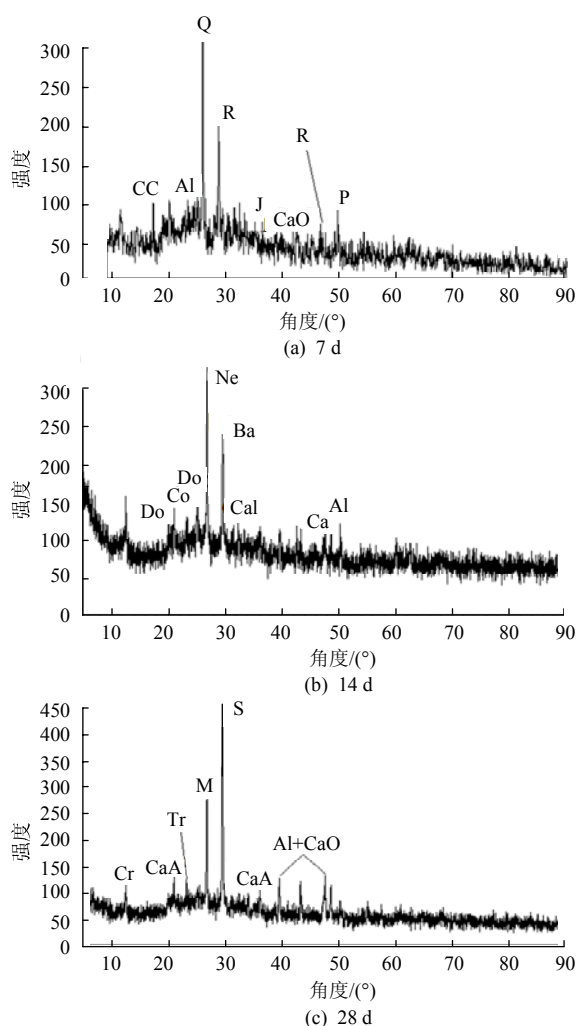


图 6 CPBM 在 7, 14, 28 d XRD 矿物成分

Fig 6 XRD pattern of CPBM samples at 7,14,28 days

1) CPBM 在不同龄期水化反应的产物主要是 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、钙矾石(AFm/AFt)和 C-S-H 凝胶。 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 具有固定的化学组成, C-S-H 凝胶和钙矾石没有固定的化学式。CPBM 水化 7 d, 检测到有能够参与二次水化反应的活性 SiO_2 , Al_2O_3 , 水泥水化作用生成的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$; C-S-H 凝胶化学式是 $\text{Ca}_3\text{Al}_6\text{Si}_9\text{O}_{30} \cdot 15\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Ca}_3\text{Si}_2\text{O}_7$, 钙矾石(AFm/AFt)的化学式 $(\text{Fe}+2)\text{Ca}_2(\text{Fe},\text{Al})_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$; CPBM 水化 14 d, 检测到钙矾石(AFm/AFt)的化学式 $\text{Al}_{4.33}(\text{SiAl})\text{O}_{10}(\text{OH})_8$, $\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{12}(\text{OH})_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, C-S-H 凝胶化学式是 $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, Ca_2SiO_4 和 $\text{CaAl}_2\text{Si}_7\text{O}_{18} \cdot 35\text{H}_2\text{O}$, CPBM 粉末中还检测出与煤矸石相同的物质 Copiapite($\text{FeFe}_4(\text{SO}_4)_6(\text{OH})_2 \cdot 20\text{H}_2\text{O}$), 说明未反应的矸石颗粒进入到 CPBM 粉末中; CPBM 水化 28 d,

检测到钙矾石(AFm/AFt)的化学式是 $\text{Ca}_4\text{Fe}_{47}\text{Si}_{72}\text{O}_{180}(\text{OH})_{36} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Fe}_3[\text{Si}_2\text{O}_5](\text{OH})_4$, C-S-H 凝胶化学式是 $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{O}_5 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 。

2) 通过 XRD 对 CPBM 矿物成分分析, 表明在不同龄期 CPBM 中 C-S-H 凝胶和钙矾石化学式并不相同, 且 14 d 和 28 d 钙矾石化学式种类多于 7 d, 由于不同龄期 CPBM 中参与反应的活性物质类型以及浓度存在差异, 导致水化反应和火山灰反应生成化学式不同的钙矾石和 C-S-H 凝胶; 在 7 d(图 6a)龄期时, 检测出 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 其来源于普通硅酸盐水泥早期水化作用生成的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 14 d(图 6b)和 28 d(图 6c)的矿物成分并未检测出 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 已全部消耗参与了火山灰反应。上述分析可以推断出: 在养护的前 7 d 时段内, CPBM 主要进行水泥水化反应; 在 7~28 d, CPBM 主要进行 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 和活性物质 SiO_2 , Al_2O_3 和 Fe_2O_3 的火山灰反应。

2.2.2 FETEM 观测 CPBM 微观结构

图 7 表示采用 FETEM 放大 10 000 倍观测 CPBM 在 7, 14, 28 d 龄期的微观形态。CPBM 水化 7 d(图 7a1), 未参与水化反应的矸石表面光滑, 周围被箔状、絮状的 C-S-H 凝胶包裹, C-S-H 凝胶占据着主要的空间范围, 在 C-S-H 凝胶的边界可以观察到结晶良好的六边形片状的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 晶体。如图 7a2 所示, 柱状的 AFt、无定型的 C-S-H 凝胶以及 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 呈不均匀分布, AFt 晶体分布于 C-S-H 凝胶的表面。通过对 7 d 龄期的 CPBM 的观测分析得出: 在水化作用早期, 水化产物分布较为疏松, 而水化产物主要是 C-S-H 凝胶, AFt 存在较少, AFt 晶体的形态呈短粗状。

CPBM 水化 14 d, C-S-H 凝胶形态与 7 d 时的形态相比发生了变化, 呈花瓣状聚集在矸石周围, 矸石颗粒表面能明显观察到凹凸不平的层状结构(图 7b1)。散落的矸石颗粒表面被不规则的片状、块状 C-S-H 凝胶晶体包裹(图 7b2), 矸石表面释放不同浓度和不同化学成分的活性物质参与了火山灰反应, 导致生成晶体形态的差异。

CPBM 水化 28 d, AFt 晶体呈针棒状、粗细不均匀, 长度为 1~2 μm , 相互紧密交错生长, AFt 晶体周围分布着絮凝状的 C-S-H 凝胶, CPBM 整体结构密实, 图 7c2 晶体形态特征与图 7c1 相似, 图 7c2 的 AFt 晶体更细长。

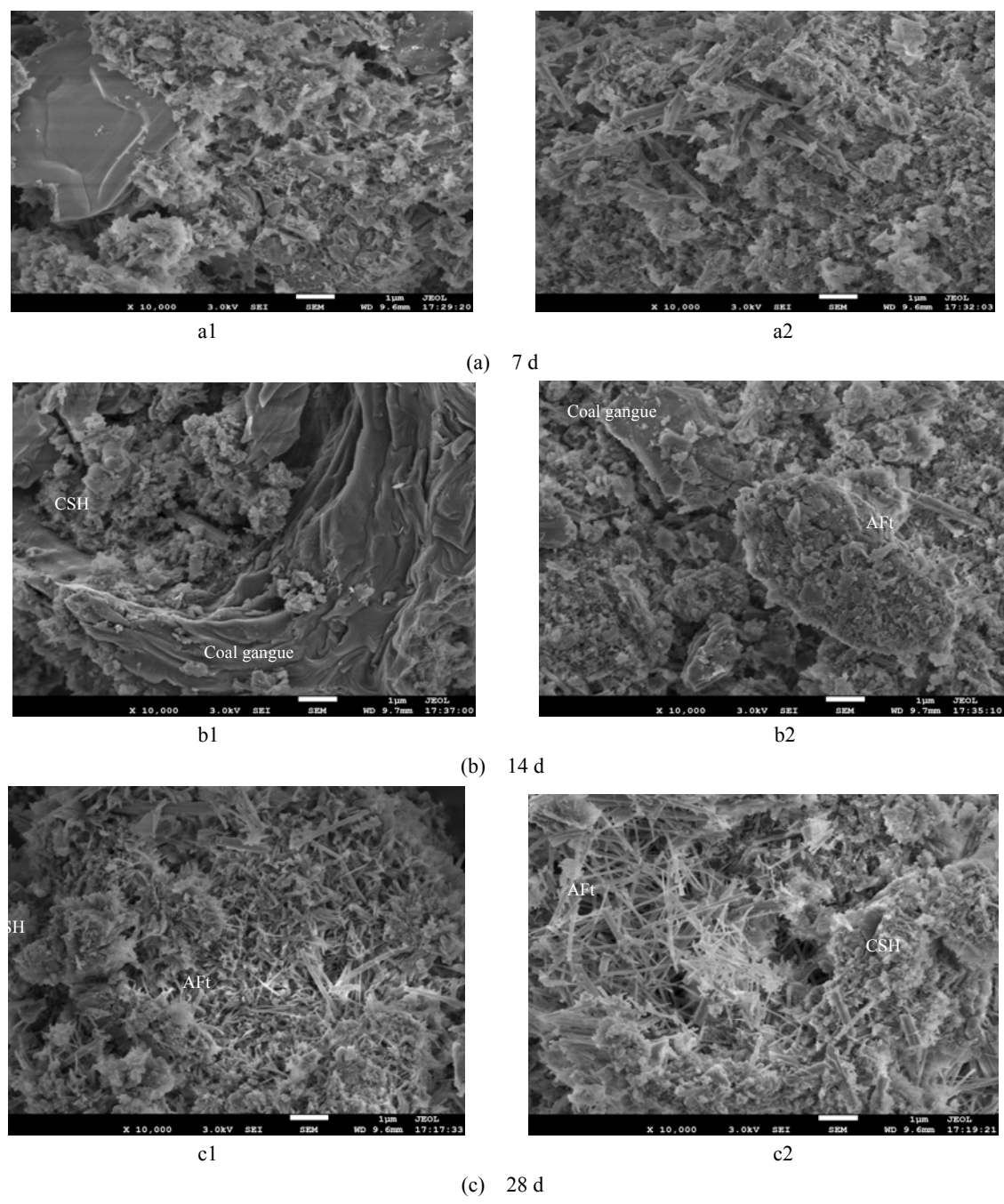


图 7 CPBM 在不同龄期的微观结构

Fig.7 The microstructural images of PBM samples at different curing time

2.3 水化反应和火山灰反应与 CPBM 性能相互关系

水化反应和火山灰反应与 CPBM 的抗压强度、孔隙率以及电阻率的相互关系如图 8 所示。将 CPBM 原料混合后，水泥与水发生水化反应，然后水化产物 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 与活性物质发生火山灰反应。反应不断消耗孔隙溶液中的水和离子，生成的反应产物填充毛细孔隙和增强界面过渡区的胶结结构，进而改变 CPBM 性能。

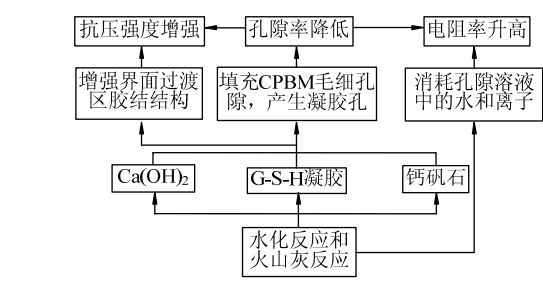


图 8 水化反应和火山灰反应与 CPBM 性能相互关系

Fig.8 Relationship between hydrated pozzolanic reaction and property of CPBM

3 结 论

1) 由煤矸石、粉煤灰、水泥和水组成的膏体充填材料, 通过 XRD 和 ICP-OES 对煤矸石和粉煤灰的矿物成分和化学组成进行了分析, 检测到能够参与火山灰反应的活性 SiO_2 , Al_2O_3 和 Fe_2O_3 存在。

2) CPBM 抗压强度相对于混凝土抗压强度的数值较低, 主要是因为低水泥含量和矸石作为集料的作用。随龄期的增长, CPBM 的总孔隙率降低, 毛细孔减少, 凝胶孔增多, 电阻率随龄期的增长而增加。在不同的龄期, 水化反应和火山灰反应的速率和生成产物不同, 且结晶结构存在差异: 在龄期 7 d 之前, 水化反应速率大于火山灰反应, 生成产物主要是 C-S-H 凝胶和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$; 在龄期 7~28 d, 火山灰反应速率大于水化反应, 生成产物主要是 C-S-H 凝胶和钙矾石, 钙矾石随龄期的增加, 数量不断增多, 且微观晶体形态呈细长的针状生长。

3) 充填材料的抗压强度、孔隙率、电阻率和水化作用相互之间存在着相关性。随着水化作用的进行, 生成的水化产物不断填充着 CPBM 的孔隙, 孔隙率不断降低, 增加了充填材料的密实性, 抗压强度增强, 孔隙中的水分减少, 离子数降低, 电流通过能力减弱, 电阻率增加。

参考文献:

- [1] FALL M, CÉLESTIN J C, POKHAREL M, et al. A contribution to understanding the effects of curing temperature on the mechanical properties of mine cemented tailings backfill[J]. *Engineering Geology*, 2010, 114: 397-413.
- [2] BIAN Zhengfu, MIAO Xiexing, LEI Shaogang, et al. The challenges of reusing mining and mineral-processing wastes[J]. *Science*, 2012, 337: 702-703.
- [3] LANDRIAULT D. Backfill in underground mining[C]// HUSTRULID W A, BULLOCK R L. *Underground mining methods: engineering fundamentals and international case studies*. Littleton: Society for Mining Metallurgy & Exploration, 2001: 601-614.
- [4] WILLIAMS T J, BAYER D C, BREN M J, et al. Underhand cut and fill mining as practiced in three deep hard rock mines in the United States[C]// Montreal: Proceedings of the CIM Conference Exhibition, 2007: 1-11.
- [5] ERCIKDI B, KESIMAL A, CIHANGIR F, et al. An environmentally friendly technology 2009: paste backfill — a case study in Çayeli copper mine[C]// KARADENİZ M. *Proc of 3rd Mining and Environment Symposium*. Ankara: TMMOB Chambers of Mining Engineers of Turkey, 2009: 139-152.
- [6] 周华强, 侯朝炯, 孙希奎, 等. 固体废物膏体充填不迁村采煤[J]. *中国矿业大学学报*, 2004, 33(2): 154-159. ZHOU Huaqiang, HOU Chaojiong, SUN Xikui, et al. Solid waste paste filling for none-village-relocation coal mining[J]. *Journal of China University of Mining & Technology*, 2004, 33(2): 154-159.
- [7] 董慧珍, 冯国瑞, 郭育霞, 等. 新阳矿充填料浆管道输送特性的试验研究[J]. *采矿与安全工程学报*, 2013, 30(6): 880-885. DONG Huizhen, FENG Guorui, GUO Yuxia, et al. Pipe transportation characteristics of filling slurry in Xinyang mine[J]. *Journal of Mining & Safety Engineering*, 2013, 30(6): 880-885.
- [8] 张新国, 江宁, 张玉江, 等. 矸石膏体充填材料力学特性试验[J]. *金属矿山*, 2012(12): 437-439. ZHANG Xinguo, JIANG Ning, ZHANG Yujiang, et al. Study on mechanical properties of coal waste paste filling materials[J]. *Metal Mine*, 2012(12): 437-439.
- [9] 张若江, 张新国, 白继文, 等. 膏体充填材料配比试验与水化反应机理研究[J]. *山东科技大学学报*, 2012, 31(6): 62-68. ZHANG Ruojiang, ZHANG Xinguo, BAI Jiwen, et al. Research on proportion test and hydration mechanism of paste filling material[J]. *Journal of Shandong University of Science and Technology*, 2012, 31(6): 62-68.
- [10] 郑保才, 周华强, 何荣军. 煤矸石膏体充填材料的试验研究[J]. *采矿与安全工程学报*, 2006, 23(4): 460-463. ZHENG Baocai, ZHOU Huaqiang, HE Rongjun. Experimental research on coal gangue paste filling material[J]. *Journal of Mining & Safety Engineering*, 2006, 23(4): 460-463.
- [11] 赵才智. 煤矿新型膏体充填材料性能及其应用研究[D]. 徐州: 中国矿业大学, 2008.
- [12] 张新国, 王华玲, 李杨杨, 等. 膏体充填材料性能影响因素试验研究[J]. *山东科技大学学报*, 2012, 31(3): 53-58. ZHANG Xinguo, WANG Hualing, LI Yangyang, et al. Experimental research for influencing factors on properties of paste filling materials[J]. *Journal of Shandong University of Science and Technology*, 2012, 31(3): 53-58.
- [13] CIHANGIR F. Investigation of utilisation of alkali activated blast furnace slag as binder in paste backfill[D]. Karadeniz Technical University, 2011.
- [14] STONR D M R. The optimization of mix designs for cemented rockfill[C]// Johannesburg: Proc of 5th International Symposium on Mining with Backfill, 1993: 249-253.