

DOI:10.13409/j.cnki.jdpme.20210618001

基于纳米压痕技术的页岩土MICP结石体微观力学特性研究*

刘子健^{1,2}, 黄明¹, 崔明娟¹, 许凯¹, 郭珅^{1,3}, 王德发⁴

(1. 福州大学土木工程学院, 福建福州 350116; 2. 厦门轨道建设发展集团有限公司, 福建厦门 361000; 3. 中机三勘岩土工程有限公司, 湖北武汉 430000; 4. 中铁十八局集团第一工程有限公司, 河北涿州 072750)

摘要: 目前对于微生物诱导碳酸盐沉淀技术(MICP)土体加固技术的研究大多数集中在宏观力学性能上,对微观力学特性的研究较少。为了探究页岩土MICP结石体的微观力学特性,在不同峰值荷载下对页岩土MICP结石体进行纳米压痕测试,并基于能量法中弹性参数计算模型及塑性断裂力学理论计算页岩土MICP结石体中胶结体区域及土颗粒区域的硬度、弹性模量和断裂韧度。结合激光显微镜及X射线衍射试验,探讨测点处碳酸钙胶结体状态及矿物组分对页岩土MICP结石体各相材料微观力学特性的影响,建立页岩土MICP结石体弹性模量、硬度及断裂韧度三者之间的线性关系。结果表明,利用纳米压痕技术测试页岩土MICP结石体材料的弹性模量、硬度及断裂韧度具备可行性。由于MICP技术诱导生成的方解石晶体质地不均匀,导致页岩土MICP结石体中胶结体的弹性模量、硬度及断裂韧度存在较大离散性。矿物组分中石英矿物的存在能够强化页岩土颗粒的微观力学特性,使部分页岩土颗粒的力学参数提高。各区域的断裂韧度变化趋势与弹性模量、硬度相同,三者之间具有简单线性关系。纳米压痕技术打破了常规力学试验对试样尺寸的限制,为测定页岩土MICP结石体的细观力学参数提供借鉴。

关键词: 纳米压痕; 页岩土; 弹性力学参数; 断裂韧度; 微生物诱导碳酸钙沉淀技术(MICP)

中图分类号: O 319.56 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-2132(2022)05-1036-10

Investigation on the Micromechanical Properties of Bio-cement Shale Soil based on the Nanoindentation Technique

LIU Zijian^{1,2}, HUANG Ming¹, CUI Mingjuan¹, XU Kai¹, GUO Shen^{1,3}, WANG Defa⁴

(1. College of Civil Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350116, China;

2. Xiamen Rail Transit Construction & Development Group Corporation Limited, Xiamen 361000, China;

3. China Machinery TIDI Geotechnical Engineering Co. Ltd., Wuhan 430000, China;

4. China Railway 18th Bureau Group No.1 Engineering Co., Ltd., Zhuzhou 072750, China)

Abstract: In recent years, consolidating soil by the microbially induced carbonate precipitation (MICP) technique has been extensively studied in the civil engineering field. However, most of those studies focus on the macroscopic mechanical properties. Since the macro-mechanical properties are often influenced by micro-mechanical properties, the nanoindentation experiments were conducted on bio-cemented shale soil under different levels of peak load to explore the micro-mechanical properties

* 收稿日期:2021-06-18;修回日期:2021-08-16

基金项目:国家自然科学基金项目(41672290,41972276)、福建省自然科学基金项目(2020J06013)资助

作者简介:刘子健(1995—),男,硕士研究生。主要从事微生物岩土工程方面的研究。E-mail:lzkyzh@126.com

of bio-cemented shale soil. The elastic modulus, hardness, and fracture toughness of bio-cemented shale soil were obtained based on the calculation model of elastic parameters and plastic fracture mechanics theory. To analyze the influence of the calcium carbonate crystal morphology and distribution of mineral crystals of measuring points on the micro-mechanical properties of calculus, the forms of calcium crystals were observed by using an optical microscope. Besides, the X-ray diffraction test was also conducted on bio-cemented samples to investigate the effect of mineral components in the sample on its mechanical properties. Afterward, the relationship among the elastic modulus, hardness, and fracture toughness of bio-cemented samples was analyzed. The results show that it is feasible to test the elastic modulus, hardness, and fracture toughness of bio-cemented shale soils by using the nanoindentation technique. However, there is discreteness in the values of elastic modulus, hardness, and fracture toughness of bio-cemented shale soil because the texture of calcium carbonate crystal induced by the MICP technique is inhomogeneity. In addition, the quartz in the soil with higher strength strengthens the mechanical properties of shale soils, resulting in the improvement of mechanical parameters of some shale soil particles. Moreover, the trend of fracture toughness in each region is the same as the modulus of elasticity and hardness, and there is a simple linear relationship among them. The nanoindentation technique breaks the limitation of specimen size in conventional mechanical tests. The results provide a reference for determining the micro-mechanical parameters of bio-cemented shale soils.

Keywords: nanoindentation; shale soil; elastic mechanical parameters; fracture toughness; microbially induced carbonate precipitation

引 言

随着我国基础建设加快,建设用地资源不断减少,对土体加固与改良的要求日益突显。传统的土体加固技术耗能大且易对周边环境造成污染^[1-4],相比之下,微生物诱导碳酸盐沉淀(Microbial induced carbonate precipitation, MICP)技术更加符合环境友好型技术的特点^[5]。该技术利用特定微生物水解尿素的能力,在含有钙离子的环境中发生化学反应并生成具有一定胶结能力的方解石晶体,填充土颗粒间的孔隙,从而在颗粒间起到一定的胶结固化效果,形成具有一定强度的整体,达到加固土体的目的^[6]。

对于MICP加固技术,国内外已有大量学者通过机理分析、室内模型试验等方法做出大量研究^[7-11],但主要集中在对固化后土体强度、刚度、抗渗性、抗液化等宏观力学性能以及扬尘、堵漏、裂缝修复等应用方面^[11-16],对于固化土体在微观尺度下的力学特性研究甚少。为了得到MICP结石体材料的微观力学参数,段宇^[17]、杜强等^[18]通过PFC建立MICP材料数值模型,并反演出材料的微观力学参

数。这种通过反演获得的微观力学参数往往存在一定误差,如何通过试验手段直接测定MICP试样的微观力学参数是目前亟需解决的问题。

纳米压痕技术作为测量、表征材料的微观力学性能的技术手段^[19],其打破了传统宏观力学尺度的限制,利用压痕试验的数据得出被测材料硬度、弹性模量等微观力学参数。P.Shukla等^[20]利用纳米压痕技术对Lyons sandstone、Sioux quartzite、Limestone、Pyrophyllite四种不同的岩石进行纳米压痕试验,根据相应的荷载一位移曲线计算得到各岩石试样的弹性模量,并与动态试验下获得的动模量进行对比,证实了纳米压痕试验在岩石材料中的适用性。Y.Abousleiman等^[21]、V.Kumar等^[22]、张帆等^[23]通过对Wood Ford shale、Barnett、花岗岩等岩石材料做了大量的纳米压痕试验,根据Oliver-Pharr方法计算出材料的弹性模量,并将所得结果与已有文献中材料的弹性模量进行对比,发现通过纳米压痕技术测得的材料弹性模量和已有文献中材料的弹性模量具有较好的一致性。此外,V.Kumar等^[22]对不同的岩石试样进行纳米压痕试验,并通过构建矩阵的方式研究孔隙度、有机物含量、黏土质量分数以及岩石各组成成分对岩石材料弹性模量及硬度的

影响,在此基础上根据各影响因素构建了弹性模量、硬度与相关影响因素之间的关系方程。对于 MICP 结石体,可以利用纳米压痕技术测定 MICP 结石体的微观力学参数,评价纳米压痕技术在微生物岩土工程领域的适用性。

因此,本文对经 MICP 技术加固后的页岩土结石体进行纳米压痕试验,并基于能量法中弹性参数计算模型和塑性断裂力学理论得到 MICP 页岩土结石体各相材料的弹性模量、硬度和断裂韧度。结合激光显微镜分析测点处碳酸钙胶结体的状态及矿物组分对材料弹性模量、硬度值及断裂韧度的影响。最后讨论结石体中各相材料弹性模量、硬度及断裂韧度三者之间的联系,探讨纳米压痕技术应用至 MICP 结石体材料的可行性,为多尺度分析 MICP 试样力学性能提供参考。

1 计算原理

1.1 弹性参数计算

图 1 为典型的纳米压痕荷载—位移曲线能量划分示意图。弹性参数计算模型中将总能量与压入总能量之间的比值定义为总能量常数 V_i ,将卸载能量与弹性能量之间的比值定义为弹性能量常数 V_e ,各自计算公式如下^[24]:

$$V_i = \frac{W_{s1}}{W_i} \quad (1)$$

$$V_e = \frac{W_{s2}}{W_e} \quad (2)$$

式中, W_i 表示压入总功; W_e 表示卸载过程中材料通过弹性恢复对压头所做的功; $W_{s1} = 0.5P_m h_L$, 表示加载曲线下耗散的最大能量; W_{s2} 为卸载曲线下的卸载能, 值为 $0.5P_m (h_m - h_f)$; P_m 为最大压入荷载; h_L 为达到峰值荷载 P_m 时所对应的压入深度; h_m 为最大压入深度; h_f 为完全卸载后的残余压痕深度。

对于完全符合幂函数的卸载曲线可直接取初始卸载曲线斜率作为有效接触刚度 $S^{[25]}$, 从而推导出有效接触深度 h_c 的表达式:

$$h_c = \frac{2(V_e - 1)h_m + h_f}{2V_e - 1} \quad (3)$$

最后根据弹性接触理论求得被测材料的弹性模量 E_r 和硬度 H :

$$E_r = \sqrt{\frac{\pi}{C_0} \frac{P_m l^2}{2\beta(h_m - h_f)[2(V_e - 1)h_m + h_f]}} \quad (4)$$

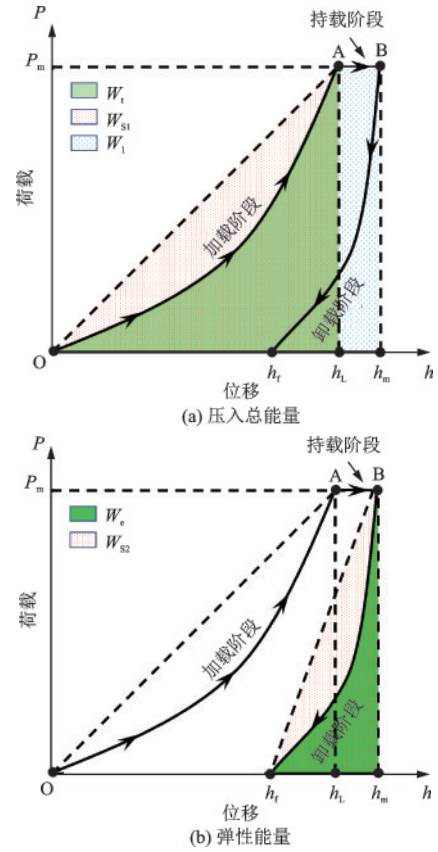


图 1 典型纳米压痕荷载—位移曲线能量划分图^[25]

Fig.1 Energy division diagram of typical nanoindentation load-displacement curves

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (5)$$

$$H = \frac{P_m l^2}{C_0 [2(V_e - 1)h_m + h_f]^2} \quad (6)$$

式中, l 为压头边长, E_i 和 ν_i 分别为压头的弹性模量和泊松比, 本文试验所选压头为 Berkovich 压头, 由金刚石制作而成, 故 $\beta = 1.034$, $C_0 = 24.5$, $E_i = 1140 \text{ GPa}$, $\nu_i = 0.07$ 。 E 和 ν 分别为被测材料的弹性模量和泊松比。

1.2 断裂韧度计算模型

当忽略纳米压痕试验过程中能量的耗散和系统误差等因素时, 纳米压痕试验过程所施加的总能量 W_T 可表示为:

$$W_T = W_E + W_{PP} + W_C \quad (7)$$

式中, W_E 为材料恢复的弹性能; W_{PP} 为纯塑性能; W_C 为材料裂缝开展所释放的断裂能。

对于弹塑性材料而言, 如果不考虑持续荷载作用的影响, 即当 $h_i = h_m$ 时, 总能量 W_T 和纯塑性能

W_{PP} 之间关系如下式:

$$\frac{W_{PP}}{W_T} = 1 - \frac{V_t}{V_e} \left(1 - \frac{h_t}{h_m}\right) \quad (8)$$

纳米压痕试验过程中会引起脆性材料内部部分能量的耗散,即断裂能 W_C 。根据纯塑性能计算材料的断裂能,按下式进行求解:

$$W_C = W_T - W_E - W_{PP} \quad (9)$$

在传统弹性断裂力学理论中,将裂缝扩展单位面积所消耗的能量定义为临界状态下能量释放率 G_C ,用下式进行表示:

$$G_C = \frac{W_C}{A_{fr}} \quad (10)$$

式中, A_{fr} 为断裂能释放区域的面积,即有效接触面积。对于页岩土 MICP 结石体而言,纳米压痕试验中测点尺寸远远小于结石体试样尺寸,压痕过程处在一个平面应变下,因此材料的断裂韧度值可以通过式(10)中的能量释放率进行表征:

$$K_{IC} = \sqrt{G_C \frac{E}{1-\nu^2}} \quad (11)$$

2 实验方法

2.1 纳米压痕试验样品的制备

固化试验所用页岩土取自江西瑞金火车站附近,粒径范围为 0~1 mm;所用微生物为巴氏芽孢杆菌,源于德国菌种保藏中心,编号 DSM-33。

样品加固过程中,先将 150 ml 菌液以 0.5 ml/min 的速率注入到土中,静置 2 h,再以 0.25 ml/min 的速率注入相同体积的胶结液(1 mol/L 尿素 + 1 mol/L 氯化钙),此为一个注浆周期,总共进行 14 个周期的注浆。将制作好的结石体试样切割成 (20×20×10) mm 的长方体,然后使用 400、600、800 目的砂纸进行粗磨,之后用 1 000、2 000、3 000、5 000、7 000 目的水砂纸进行细磨,保证试样上、下及左右表面平行。抛光过程所用金刚石悬浮液粒径分别为 3、1、0.5 μm,最后样品如图 2 所示。试样由两部分组成,一部分为页岩土颗粒,即土颗粒区域;一部分为微生物诱导生成的碳酸钙晶体,即胶结体区域。

2.2 X 射线衍射

由于纳米压痕试验是小尺度力学试验,因此试样的矿物成分可能对其力学性质造成影响。为了

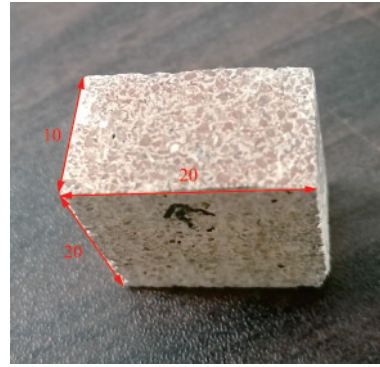


图 2 页岩结石体试样

Fig.2 Photograph of shale soil stone sample

测试 MICP 技术加固后页岩土结石体的矿物组分,取少量试样研磨至粉末状,通过 X 射线衍射(XRD)对其矿物组分进行分析。

2.3 纳米压痕试验方案

试验采用 Anton Paar 纳米压痕测试仪,配置 Berkovich 金刚石压头,为正三棱锥型,棱面与中心线间的夹角为 65.3°,由奥地利安东帕有限公司生产。

试验中纳米压痕峰值荷载设置为 50、100、200、300、400、500 mN,每种峰值荷载下进行 3 次压痕试验,共 18 个测点。然后在 100 mN 条件下分别对土颗粒区域及胶结体区域进行试验,每个区域各 30 个测点,共计 60 个测点。试验参数详见表 1,为了便于区分,对试验测点分别进行编号,如 A100-1 中,A 代表试验组号,100 代表峰值荷载为 100 mN,1 代表该荷载下的第一次试验,后续编号均采用此方式进行编号。各测点间距均保持在 50 μm 以上,规避测点之间相互干扰。加载过程中,当荷载达到最大时,持载 10 s 以消除材料徐变对荷载—位移曲线的影响^[26]。

3 结果与讨论

3.1 页岩土 MICP 结石体矿物组分

将 XRD 试验得到的页岩土 MICP 结石体衍射图谱与未进行 MICP 技术加固的页岩土衍射图谱进行对比,结果如图 3 所示。

根据图 3 可知,试验所用页岩土的主要成分为石英、云母及方解石,且经 MICP 技术处理后,方解石含量由 9% 上升至 39.7%。结合激光显微镜,观察到页岩土经 MICP 技术处理后,部分孔隙被碳酸

表1 胶结体纳米压痕试验各测点的加载方案

Table 1 Loading scheme of each measuring point in nanoindentation test of cement

试验组	测量区域	测点数	峰值荷载/N	加卸载速率/(N·min ⁻¹)	持载时间/s
A	胶结体	3	50	200	10
			100		
			200		
			300		
			400		
B	土颗粒	3	50	200	10
			100		
			200		
			300		
			400		
C	胶结体	30	100	200	10
	土颗粒	30			

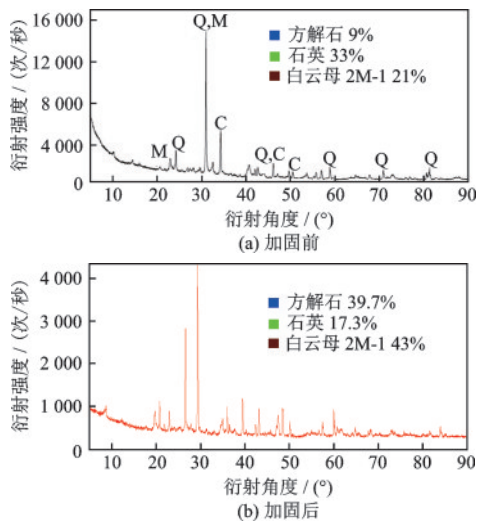


图3 页岩土加固前后X射线衍射图谱

Fig.3 Diffraction pattern of bio-cemented and normal shale soil samples

钙胶结体填充(图4),但部分位置存在孔洞。较小的孔洞可能是因为细菌为碳酸钙提供成核位点,随着碳酸钙晶体逐渐增多,细菌逐渐被包围而难以从外界吸取营养物质,导致细菌死亡并留下孔洞痕迹^[27];较大的孔洞则是由于碳酸钙生成不均匀所致。对页岩土MICP结石体试样进一步放大观察,发现胶结体区域除了存在孔洞之外,不同位置碳酸钙胶结体致密度存在明显差异,如图5(a)所示,胶结体部分出现一条明显的分界线,即图中蓝色虚

线,虚线外A部分胶结体颜色趋近于白色,虚线内B部分胶结体呈半透明状。此外,土颗粒区域存有形状各异、半透明状、带有光泽的晶体颗粒,如图5(b)所示。

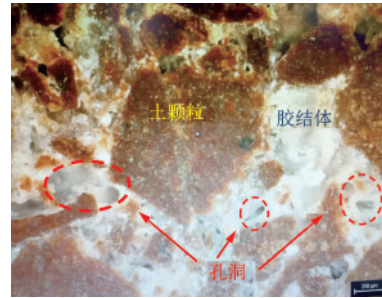
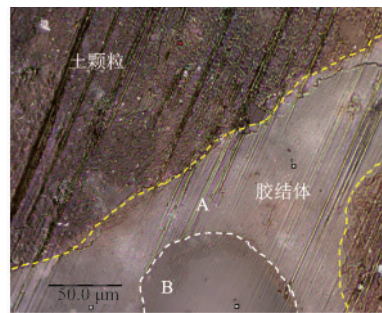
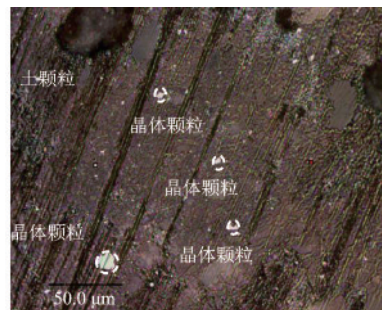


图4 250倍放大页岩土MICP结石体结构

Fig.4 250x magnification of the structure of shale soils bio-cement



(a) 1000倍放大页岩土MICP结石体胶结体区域结构



(b) 1000倍放大页岩土MICP结石体土颗粒区域结构

图5 1000倍放大页岩土MICP结石体结构

Fig.5 1000x magnification of the structure of shale soils bio-cement

3.2 页岩土结石体压痕试验曲线

图6为页岩土结石体纳米压痕荷载一位移曲线,可以看出在不同的峰值荷载作用下,纳米压痕荷载一位移曲线呈现出相同的曲线形式。加载阶段,随着荷载增加,压入位移迅速增加,随后变缓。持载阶段,荷载不变,压入位移接近线性变化,且发生蠕变变形。卸载阶段,出现弹性恢复现象,卸载

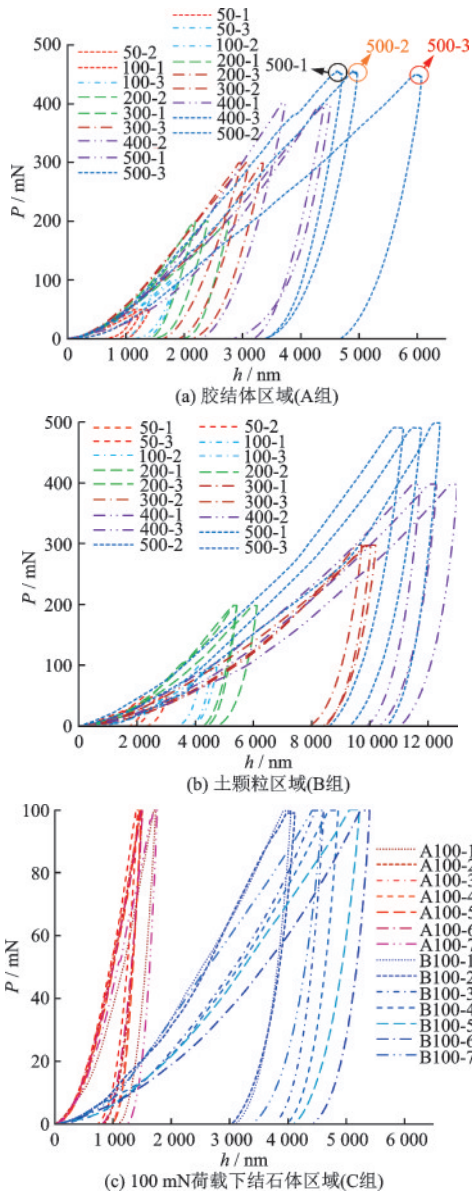
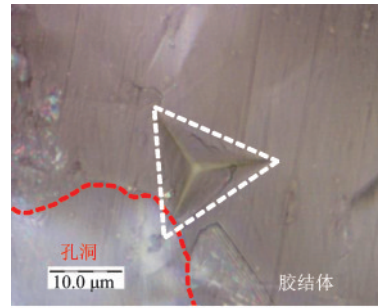


图6 结石体的荷载—位移曲线

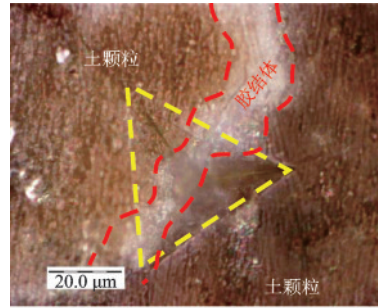
Fig.6 Load-displacement curves of test points in the bio-cemented shale soils under different loads

后仍有残余变形。

如图6(a)所示,胶结体区域中,在500 mN荷载下,测点A500-1的位移变化量小于测点A500-2和A500-3,且加载曲线斜率明显缓于其他测点。为此以激光显微镜观测峰值荷载为500 mN时胶结体区域测点压痕形态,结果如图7所示。图7(a)中,测点A500-2处压痕左下角有较大的空洞,其余部位均被胶结体覆盖。图7(b)中,测点A500-3处于胶结体与土颗粒交界的位置,胶结体范围较小,仅存在两个土颗粒间的孔隙部位,宽度不足 $10\ \mu\text{m}$,且胶结体厚度较薄,随着荷载的增加压头尖端穿过胶结体



(a) 测点A500-2



(b) 测点A500-3

图7 胶结体测点压痕

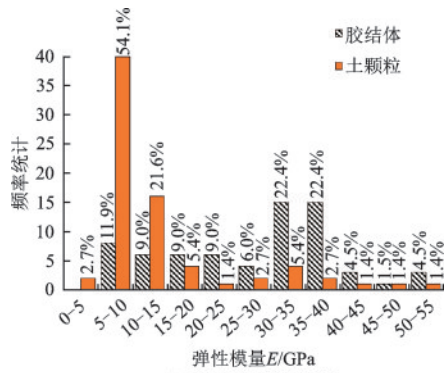
Fig.7 Indentation patterns image of bio-cemented sample

层,向土颗粒中深入。对比图6(c),100 mN峰值荷载下,胶结体区域最大压入深度集中在 $1\ 400\sim 1\ 800\ \text{nm}$,土颗粒区域最大压入深度集中在 $4\ 000\sim 5\ 400\ \text{nm}$,相同荷载条件下,胶结体区域最大压入深度为土颗粒区域的26%~45%左右。因此,加载条件相同的情况下土颗粒抵抗荷载变形的能力弱于胶结体,从而导致测点A500-3的加载位移明显大于其他两个测点,且此时该测点最大压入深度及卸载后残余变形量均小于土颗粒区域测点,说明MICP技术诱导生成的碳酸钙胶结体能有效提升土体抵抗荷载变形的能力。

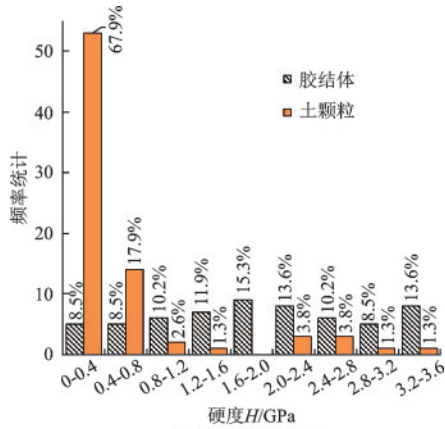
3.3 结石体力学特性参数计算结果

根据公式(1)~(11),计算100 mN峰值荷载条件下结石体的弹性模量(E)、硬度(H)和断裂韧度(K_{IC}),并统计结石体中两相材料各区间弹性模量值、硬度值及断裂韧度值出现的频数及占比情况,结果如图8所示。

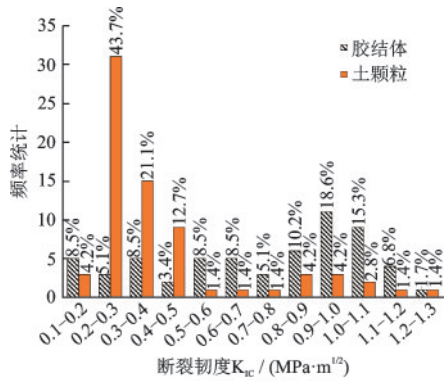
土颗粒区域的弹性模量、硬度及断裂韧度比较稳定,弹性模量主要集中在 $5\sim 15\ \text{GPa}$,占比75.7%,15 GPa以上的测点占总数的18.8%;硬度主要集中在 $0\sim 0.8\ \text{GPa}$,占比85.8%,0.8 GPa以上的测点占比14.2%;断裂韧度主要集中在 $0.2\sim 0.5\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$,占比77.5%,分布在 $0.5\sim 1.3\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$



(a) 弹性模量频率统计



(b) 硬度值频率统计



(c) 断裂韧度频率统计

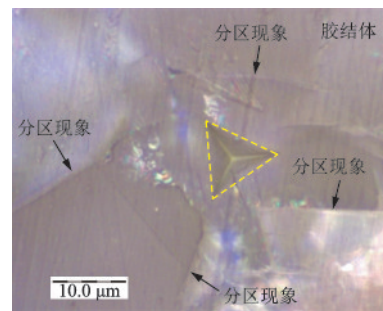
图8 结石体弹性力学参数及断裂韧度频率统计

Fig.8 Frequency Statistical graph of elastic mechanical parameters and fracture toughness frequency

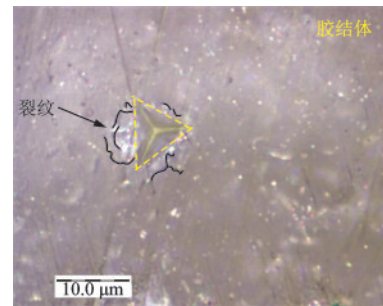
的测点约占总数的16.8%。相比之下,胶结体区域的力学特性参数离散性较大,弹性模量在40 GPa以上的测点约占比10.5%,仍远低于纯方解石的弹性模量^[22];弹性模量分布在30~40 GPa,占比44.8%;弹性模量在5~15 GPa的测点占比超过20%;其余部分测点的弹性模量介于15~30 GPa。胶结体中硬度占比最高的区间为1.2~2.8 GPa,占总数的50.9%;硬度在2.8 GPa以上的测点占比22.0%;硬度低于1.2 GPa的测点占比27.1%。胶结体中断裂韧度主要集中在0.8~1.1 MPa·m^{0.5},占总数的

44.1%左右;断裂韧度大于1.1 MPa·m^{0.5}仅占总数的8.5%左右;其余部分胶结体的断裂韧度均小于0.8 MPa·m^{0.5}。

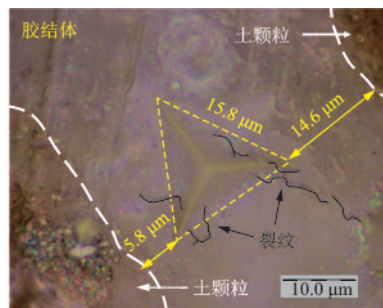
为了探寻引起结石体中弹性模量与纯方解石弹性模量差异及结石体中胶结体力学特性自身差异的原因,图9给出了C组100 MN荷载条件下,胶结体区域不同测点的压痕形态图。如图9(a)所示,该测点位置生成的胶结体密实度较高,内部基本无孔洞、微细裂纹等现象,此处胶结体抗荷载变形能力及抗裂纹扩展能力较好,因此压头作用下测得的胶结体的弹性模量、硬度及断裂韧度较大,但是胶结体间分区现象明显,晶体质地不均匀,故该测点的弹性模量值低于纯方解石,此时测点位置的弹性模量值大于40 GPa,硬度值大于2.8 GPa,断裂韧度值大于1.1 MPa·m^{0.5}。如图9(b)所示,测点处生成



(a) 测点C100-7



(b) 测点C100-11



(c) 测点C100-21

图9 100 mN荷载下胶结体区域各测点压痕
Fig.9 Indentation diagram of measurement points in the cement area under 100mN load

的胶结体周围及内部存在微细裂纹现象,且胶结体透明度降低,致密度差,此处胶结体的质量不及前者,但胶结体生成量较多,有一定覆盖厚度,因此测点受到周边土颗粒的干扰较小,压头作用下以自身性质为主,但因胶结体自身缺陷,其弹性力学参数略有下降,且断裂韧度较前者小,此时测点的弹性模量主要集中在 30~40 GPa,硬度主要集中在 1.2~2.8 GPa,断裂韧度主要集中在 0.8~1.1 MPa·m^{0.5}。当生成的胶结体内部微细裂缝较多,密实度极低,如图 9(c)所示,胶结体生成量严重不足,覆盖厚度较薄,土颗粒区域未被完全覆盖,测点受到周边土颗粒的干扰明显增大,且此处胶结体自身缺陷严重,抗裂纹扩展能力较弱,其力学特性参数降低明显,此时测点的弹性模量小于 30 GPa,硬度小于 1.2 GPa,断裂韧度小于 0.8 MPa·m^{0.5},胶结体微观力学特性趋近土颗粒。

图 10 给出了 C 组试验中土颗粒区域在 100 mN 峰值荷载条件下微观力学特性突出的测点位置压痕形态图。此类测点打在土颗粒区域中的晶体颗粒上,受到晶体颗粒干扰,测点位置的力学特性有所提升,此时弹性模量大于 15 GPa,硬度值大于 0.8 GPa,断裂韧度分布在 0.6~1.3 MPa·m^{0.5}。石英砂的断裂韧度值范围在 0.65~1.3 MPa·m^{0.5}[26],结合页岩土 MICP 结石体 XRD 衍射分析结果可以推测页岩土颗粒区域中的晶体颗粒成分为石英矿物。

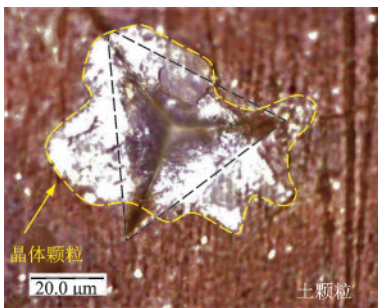


图 10 100 mN 荷载下土颗粒区域测点压痕
Fig.10 Indentation diagram of measurement points in the soil particle area under 100 mN load

3.4 断裂韧性与弹性模量、硬度关系

如图 8 所示,结石体的断裂韧度值分布规律与弹性模量和硬度值类似,说明结石体中断裂韧度与弹性模量、硬度之间存在某种联系,图 11 为结石体断裂韧度值随着弹性模量和硬度值变化的关系。

从图 11 中可以看出,微观尺度下结石体胶结体

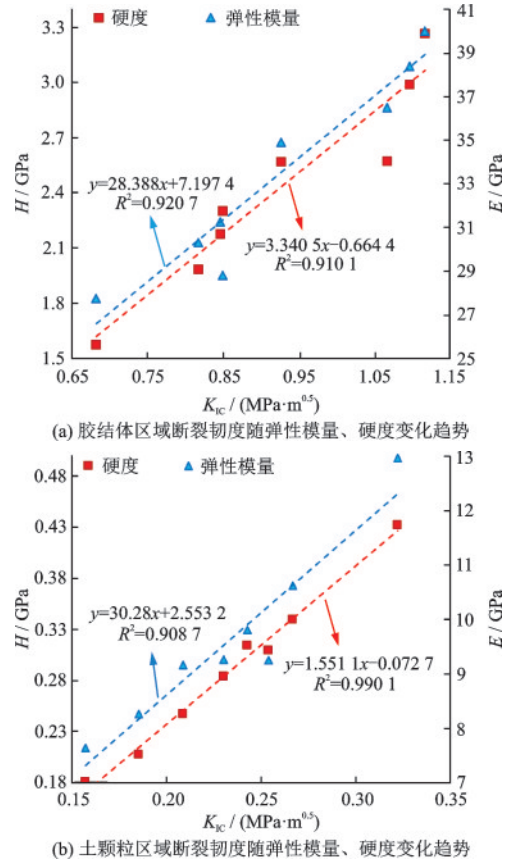


图 11 结石体断裂韧度随弹性模量、硬度变化趋势

Fig.11 Relationship between the fracture toughness, elastic modulus, and hardness of the bio-cemented sample under the load level of 100 mN

区域及土颗粒区域的断裂韧度与弹性模量、硬度均呈现出线性关系。式(12)、式(13)分别为微观尺度下页岩土 MICP 胶结体区域及土颗粒区域断裂韧度与弹性模量之间的线性关系:

$$K_{IC_{\text{胶结体}}} = 28.388E_c + 7.1974 \quad (12)$$

$$K_{IC_{\text{土颗粒}}} = 30.280E_r + 2.5532 \quad (13)$$

式中, E_c 代表胶结体的弹性模量; E_r 表示土颗粒的弹性模量。

式(14)、式(15)分别为微观尺度下页岩土 MICP 胶结体区域及土颗粒区域断裂韧度与硬度的线性关系:

$$K_{IC_{\text{胶结体}}} = 3.3405H_c - 0.6644 \quad (14)$$

$$K_{IC_{\text{土颗粒}}} = 1.5511H_r - 0.0727 \quad (15)$$

式中, H_c 代表胶结体的硬度; H_r 表示土颗粒的硬度。

随着弹性模量和硬度的增加,断裂韧性随之增加,这是由于弹性模量和硬度的增加可能会引起极限断裂强度的增加,从而提高材料的抗断裂能力[28]。K.Liu 等[29]利用纳米压痕技术对页岩材料进

行了试验,结果表明页岩的断裂韧性与弹性模量和硬度之间同样存在简单的线性关系,说明将纳米压痕技术用于测量MICP结石体材料的微观力学参数具备可行性。

4 结 论

通过纳米压痕试验揭示测点处碳酸钙胶结体状态及矿物组分对页岩土MICP结石体微观力学性能影响,并基于能量法中弹性参数计算模型及塑性断裂力学理论计算结石体中胶结体材料和土颗粒材料的硬度、弹性模量和断裂韧度,并分析三者之间的关系。具体得到以下结论:

(1)不同荷载条件下,结石体的荷载—位移曲线均包含三个阶段:加载曲线阶段、保持荷载阶段和卸载曲线阶段,符合典型的荷载—位移曲线基本特征,且在相同加载条件下,胶结体区域抵抗荷载变形能力均强于土颗粒区域。

(2)土颗粒区域弹性模量主要集中在5~15 GPa;硬度值主要集中在0~0.8 GPa;断裂韧度值主要集中在0.2~0.5 MPa·m^{0.5}。页岩土的矿物组分对土颗粒区域力学特性影响明显,石英矿物能够强化土颗粒力学特性,受石英矿物影响的土颗粒区域弹性模量值大于15 GPa,硬度值大于0.8 GPa,断裂韧度值分布在0.6~1.3 MPa·m^{0.5}。

(3)MICP技术诱导生成的碳酸钙胶结体的形貌对页岩土结石体中胶结体区域的力学特性影响明显,且由于碳酸钙胶结体的不均匀性,导致胶结体各区域微观力学参数离散性较大。密度度较高,缺陷较少的胶结体抵抗荷载变形及裂纹扩展能力较强,此时弹性模量值大于40 GPa,硬度值大于2.8 GPa,断裂韧度值大于1.1 MPa·m^{0.5};内部存在缺陷的胶结体区域抵抗裂纹扩展能力不足前者,弹性模量值主要集中在30~40 GPa,硬度值主要集中在1.2~2.8 GPa,断裂韧度主要集中在0.8~1.1 MPa·m^{0.5};其余部分胶结体由于自身缺陷及周边土颗粒影响,抵抗裂纹扩展能力较差,弹性模量小于30 GPa,硬度小于1.2 GPa,断裂韧度小于0.8 MPa·m^{0.5},此时胶结体微观力学性质趋近土颗粒。

(4)纳米压痕技术得到的页岩土MICP结石体的弹性模量、硬度及断裂韧度具有简单的线性关系,断裂韧度随弹性模量及硬度的增大而增大。该线性关系的存在,说明将纳米压痕技术用于测量页岩土

MICP结石体材料的微观力学参数具备可行性。

参考文献:

- [1] Choi S G, Chang I, Lee M, et al. Review on geotechnical engineering properties of sands treated by microbially induced calcium carbonate precipitation (MICP) and biopolymers [J]. *Construction and Building Materials*, 2020, 246: 118415.
- [2] 赫明辉, 党玉辉, 邢会歌, 等. 水泥-化学复合灌浆在断层补强中的应用效果评价[J]. *岩石力学与工程学报*, 2013, 32(11): 2268-2274.
He M H, Dang Y H, Xing H G, et al. Evaluation of application effect of cement-chemical compound grouting in fault reinforcement [J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2013, 32(11): 2268-2274. (in Chinese)
- [3] Tang Y, Lian J J, Xu G B, et al. Effect of cementation on calcium carbonate precipitation of loose sand resulting from microbial treatment [J]. *Transactions of Tianjin University*, 2017, 23(6): 547-554.
- [4] 刘安荣, 陈秋华, 李根, 等. 复杂地基处理中化学灌浆及质量控制的研究[J]. *水利与建筑工程学报*, 2010, 8(1): 60-61, 83.
Liu A R, Chen Q H, Li G, et al. Study on chemical grouting and its quality control in complicated foundation treatment [J]. *Journal of Water Resources and Architectural Engineering*, 2010, 8(1): 60-61, 83. (in Chinese)
- [5] DeJong J T, Mortensen B M, Martinez B C, et al. Bio-mediated soil improvement [J]. *Ecological Engineering*, 2010, 36: 197-210.
- [6] 钱春香, 王安辉, 王欣. 微生物灌浆加固土体研究进展[J]. *岩土力学*, 2015, 36(6): 1537-1548.
Qian C X, Wang A H, Wang X. Advances of soil improvement with bio-grouting [J]. *Rock and Soil Mechanics*, 2015, 36(6): 1537-1548. (in Chinese)
- [7] 何想, 马国良, 汪杨, 等. 基于微流控芯片技术的微生物加固可视化研究[J]. *岩土工程学报*, 2020, 42(6): 1005-1012.
He X, Ma G L, Wang Y, et al. Visualization investigation of bio-cementation process based on microfluidics [J]. *Chinese Journal of Geotechnical Engineering*, 2020, 42(6): 1005-1012. (in Chinese)
- [8] 刘璐, 沈扬, 刘汉龙, 等. 微生物胶结在防治堤坝破坏中的应用研究[J]. *岩土力学*, 2016, 37(12): 3410-3416.
Liu L, Shen Y, Liu H L, et al. Application of bio-cement in erosion control of levees [J]. *Rock and Soil Mechanics*, 2016, 37(12): 3410-3416. (in Chinese)
- [9] Gomez M G. Field Scale Bio-cementation for the Improvement of Loose Sands [D]. Davis: University of

- California, 2011.
- [10] Gao Y F, Tang X Y, Chu J, et al. Microbially induced calcite precipitation for seepage control in sandy soil[J]. *Geomicrobiology Journal*, 2019, 10, 1-10.
- [11] 刘汉龙,肖鹏,肖杨,等. MICP胶结钙质砂动力特性研究[J]. *岩土工程学报*, 2018, 40(1): 38-45.
Liu H L, Xiao P, Xiao Y, et al. Dynamic behaviors of MICP-treated calcareous sand in cyclic tests [J]. *Chinese Journal of Geotechnical Engineering*, 2018, 40(1): 38-45. (in Chinese)
- [12] Salifu E, MacLachlan E, Iyer K R, et al. Application of microbially induced calcite precipitation in erosion mitigation and stabilisation of sandy soil foreshore slopes: A preliminary investigation[J]. *Engineering Geology*, 2016, 201(4): 96-105.
- [13] 赵志峰,孔繁浩. 土体环境对微生物诱导碳酸钙沉积加固海相粉土的影响研究[J]. *防灾减灾工程学报*, 2018, 38(4): 608-614, 692.
Zhao Z F, Kong F H. Effects of soil engineering on microbially induced calcite precipitation in marine silt[J]. *Journal of Disaster Prevention and Mitigation Engineering*, 2018, 38(4): 608-614, 692. (in Chinese)
- [14] Cuthbert M O, Mcmillan L A, Stephanie H S, et al. A field and modeling study of fractured rock permeability reduction using microbially induced calcite precipitation [J]. *Environmental Science & Technology*, 2013, 47(23): 13637-13643.
- [15] Rong H, Qian C X, Li L Z. Study on microstructure and properties of sandstone cemented by microbe cement[J]. *Construction & Building Materials*, 2012, 36: 687-694.
- [16] 斯日古楞,毕力贡,李驰. 砂土基MICP土工材料剪切强度试验及可靠性分析[J]. *防灾减灾工程学报*, 2018, 38(5): 795-800, 821.
Siri G L, Bi L G, Li C. Shear strength testing and reliability analysis on MICP-treated geomaterial of sandy parent soil[J]. *Journal of Disaster Prevention and Mitigation Engineering*, 2018, 38(5): 795-800, 821. (in Chinese)
- [17] 段宇. 微生物浸泡砂土固化试验及细观力学模拟研究[D]. 邯郸:河北工程大学, 2017.
Duan Y. Microorganism soaking sand solidification test and micromechanics simulation study[D]. Handan: Hebei University of Engineering, 2017. (in Chinese)
- [18] 杜强,李永,薛嘉麟. 微生物固化风积沙力学特性及细观模拟研究[J]. *内蒙古农业大学学报(自然科学版)*, 2021, 6: 64-69.
Du Q, Li Y, Xue J L. Mechanical properties and meso-simulation of MICP-treated aeolian sand[J]. *Journal of Inner Mongolia Agricultural University (Natural Science Edition)*, 2021, 6: 64-69. (in Chinese)
- [19] Moula M, Meille S, Corre V L, et al. Mechanical characterization of meso-porous alumina by micro- and nano-indentation [J]. *Materials Today Communications*, 2020, 25, 101315.
- [20] Shukla P, Taneja S, Sondergeld C, et al. Nanoindentation Measurements on Rocks [M]. Berlin: Springer, 2015.
- [21] Abousleiman Y, Tran M, Hoang S, et al. Geomechanics field characterization of Woodford Shale and Barnett Shale with advanced logging tools and nano-indentation on drill cuttings[J]. *Leading Edge*, 2010, 29(6): 730.
- [22] Kumar V, Sondergeld C H, Rai C S. 2012. Nano to Macro Mechanical Characterization of Shale[C]// SPE Annual Technical Conference and Exhibition. San Antonio: The Society of Petroleum Engineers (SPE), 2012: SPE-159804-MS.
- [23] 张帆,郭翰群,赵建伟,等. 花岗岩微观力学性质试验研究[J]. *岩石力学与工程学报*, 2017, 36(增2): 3864-3872.
Zhang F, Guo H Q, Zhao J W, et al. Experimental study of micro-mechanical properties of granite [J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2017, 36(Sup2): 3864-3872. (in Chinese)
- [24] Jha K K, Suksawang N, Lahiri D, et al. A novel energy-based method to evaluate indentation modulus and hardness of cementitious materials from nanoindentation load-displacement data [J]. *Materials & Structures*, 2015, 48(9): 2915-2927.
- [25] Attaf M T. New ceramics related investigation of the indentation energy concept [J]. *Materials Letters*, 2003, 57(30): 4693.
- [26] 冯莹,彭宇,徐世焱,等. 钢纤维砂浆纳米压痕微观断裂性能表征[J]. *硅酸盐学报*, 2018, 46(11): 1593-1602.
Feng Y, Peng Y, Xu Sh L, et al. Micro fracture characterization of steel fiber reinforced mortar by nanoindentation [J]. *Journal of The Chinese Ceramic Society*, 2018, 46(11): 1593-1602. (in Chinese)
- [27] 钱春香,詹其伟,王瑞兴. 微生物矿化的工程应用基础[M]. 北京:科学出版社, 2015.
Qian C X, Zhan Q W, Wang R X. The Basis of microbial mineralization applied in engineering [M]. Beijing: China Science Press, 2015. (in Chinese)
- [28] Yuan C C, Xi X K. On the correlation of Young's modulus and the fracture strength of metallic glasses[J]. *Journal of Applied Physics*, 2011, 109(3): 1385-1559.
- [29] Liu K, Ostadhassan M, Bubach B. Applications of nano-indentation methods to estimate nanoscale mechanical properties of shale reservoir rocks[J]. *Journal of Natural Gas Science & Engineering*, 2016, 35: 1310-1319.

(本文责编:周小潭)