

УДК 622.831:542:34

О ВЛИЯНИИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО МЕХАНИЧЕСКОГО НАГРУЖЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД НА ХАРАКТЕР ПРОЯВЛЕНИЯ В НИХ ТЕРМОАКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

Шкуратник В. Л., Новиков Е. А.

(ГОУ ВПО «Московский государственный горный университет»,
г. Москва)

Проведено аналіз механізмів термоакустичної емісії (ТАЕ) в зразках Кібик–Кордонського мармуру. Досліджено особливості ТАЕ у зазначених зразках, зумовлені їх попереднім механічним навантаженням. Показано взаємозв'язок активності ТАЕ із стадіями деформації зразків і можливість використання цього взаємозв'язку для прогнозу передруйнування геоматеріалу.

We have analyzed mechanisms of thermosonic emission in Kibik-Kordon marble samples. Features intrinsic to thermosonic emission in these samples dependent on their preliminary mechanical loading are studied. Relationship of thermosonic emission activity with stages of sample deformation and possibility of employing this relationship to predict pre-failure of the geomaterial are shown.

ВВЕДЕНИЕ

Акустическая эмиссия (АЭ) ультразвукового диапазона частот относится к наиболее перспективным инструментам изучения процессов деформирования и разрушения горных пород [1]. Традиционные подходы к применению этого инструмента предполагают измерение параметров АЭ в процессе механического нагружения образцов, к размерам и форме которых предъявляются довольно жесткие требования, что обуславливает высокую трудоемкость и относительно низкую надежность соответствующей

щих испытаний. В связи с этим в последнее время значительный интерес проявляется к использованию для решения задач физики прочности и разрушения геологических объектов, а также идентификации их генотипов, так называемой термоакустической эмиссии (ТАЭ) [2]. Последняя представляет собой сопровождающую нагревание горных пород АЭ, исследования которой могут проводиться на образцах практически любой формы и любых размеров. При этом достаточно лишь, чтобы образцы имели хотя бы одну плоскую поверхность, контактирующую с кварцевым волноводом, через который осуществляется прием акустических сигналов.

Проводимые ранее исследования в области ТАЭ были сосредоточены в основном на выявлении механизмов ее возникновения и особенностей проявления в функции от режимов нагревания [3]. Определенное внимание уделялось также изучению термоакустоэмиссионного эффекта памяти в геоматериалах [4]. В то же время остается все еще открытым вопрос о влиянии на ТАЭ предварительного механического нагружения образцов горных пород. При этом знание закономерностей такого влияния необходимо и для оценки помехоустойчивости термоэмиссионных исследований, и для использования последних в целях изучения предыстории механического нагружения геологических объектов.

С учетом изложенного, в настоящей работе приведены и обсуждены результаты экспериментальных исследований взаимосвязи между уровнем одноосного механического напряжения, испытанного образцами горной породы, и температурной зависимостью активности АЭ в этих образцах. При этом для адекватной интерпретации указанной зависимости предварительно проведен анализ механизмов ТАЭ в образцах Кибик–Кордонского мрамора, являющегося объектом соответствующих исследований.

1. Механизмы термоакустической эмиссии в образцах кибик-кордонского мрамора

Причины возникновения АЭ при нагревании горных пород весьма разнообразны: термический градиент, обусловленный неравномерным нагревом образца; различие упругих свойств и коэффициентов теплового расширения слагающих породу минера-

лов, а также фазовые переходы в них; испарение влаги и взрыв газовой-жидких включений и др., приводящие к возникновению новых или росту и движению имеющихся дефектов [5].

Что касается Кибик-Кордонского мрамора, то для механизмов возникновения ТАЭ в нем характерен ряд особенностей. Первая из них связана с большим содержанием кальцита, для которого характерна значительная анизотропия тепловых структурных напряжений. Причем эти напряжения имеют разные знаки во взаимно перпендикулярных направлениях, а их величина сопоставима с пределом прочности минерала. Кроме того, для указанного мрамора характерно аномально высокое (по сравнению с другими мраморами) содержание кварца, коэффициент теплового расширения которого также существенно зависит от направления, хотя и имеет один и тот же знак.

Нагревание Кибик-Кордонского мрамора сопровождается изменением его плотности, что было установлено экспериментально и отображено на рис. 1.

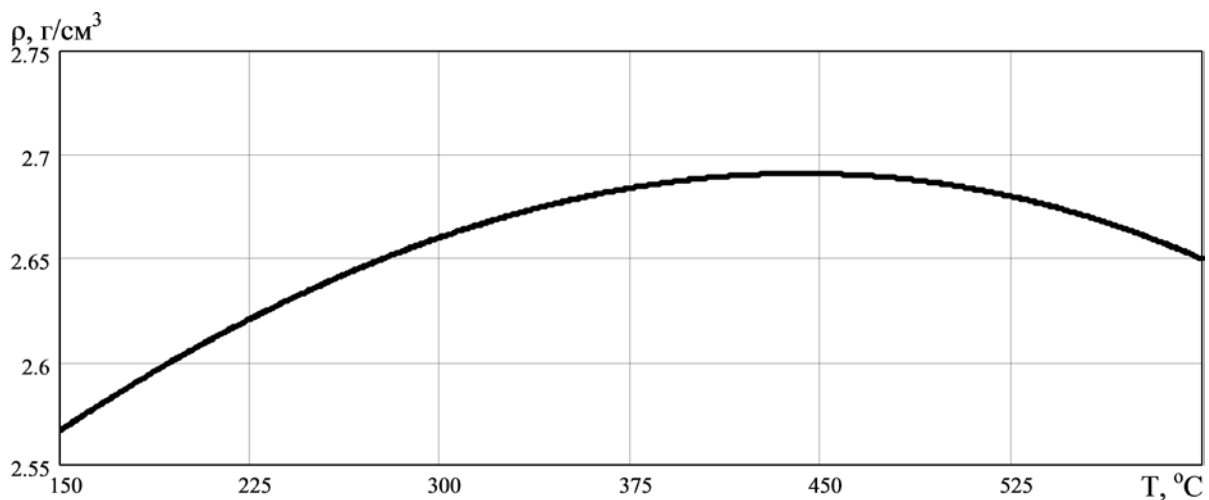


Рис. 1. Изменение плотности образцов в зависимости от температуры их нагрева

Как следует из рис. 1, с увеличением температуры плотность сначала увеличивается, достигая своего максимума в диапазоне 375-450° С, после чего стремится к исходному уровню, правда не достигая его. Отметим так же, что именно в этом температурном диапазоне наблюдается фазовый переход β -кварца в

α -кварц. Структурные изменения в рассматриваемом температурном диапазоне подтверждаются данными микроскопии группы шлифов, приведенных на рис. 2.

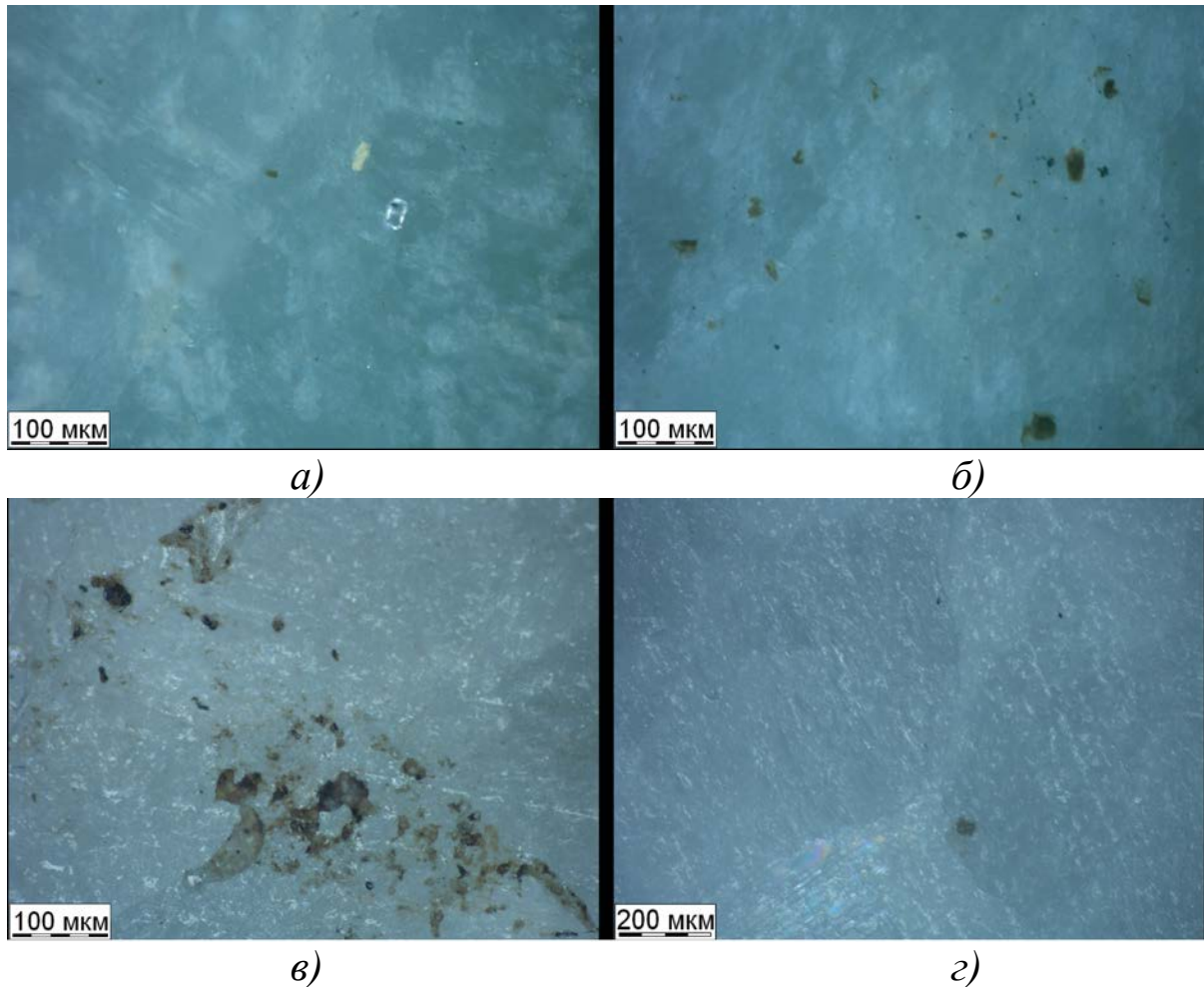


Рис. 2. Изменение структуры поверхности образцов в зависимости от температуры T их нагрева: $a - T = 300^\circ \text{C}$, $б - T = 350^\circ \text{C}$, $в - T = 425^\circ \text{C}$, $з - T = 600^\circ \text{C}$

При увеличении термонагрузки и, соответственно, росте плотности, а так же под воздействием возникающих отрицательных тепловых структурных напряжений происходит выдавливание на поверхность веществ, содержащихся в порах и иных неоднородностях внутреннего строения образцов. Причем, если до некоторой температуры наблюдается увеличение количества темных включений на поверхности, то к концу нагрева образца ($\approx 600^\circ \text{C}$) они практически не фиксируются. Методом пиролиз-

ной хроматографии был произведен анализ химического состава указанных включений, который показал, что они содержат не менее 13 % углерода. Помимо этого в них был обнаружен водород - 0,3 % и азот - 0,1 %. Скорее всего вещество включений относится к битумам. Под воздействием температур порядка 200-250° С начинается процесс их размягчения, сопровождаемый некоторым увеличением объема. Этот процесс накладывается на процесс увеличения плотности мрамора при его нагреве. Таким образом, происходит выдавливание битумных включений на поверхность образцов. По мере удаления битума из внутренних структурных неоднородностей происходит его скопление в неровностях поверхности. Далее, по мере достижения образцом температуры порядка 350-450° С, начинается процесс отвердевания и окисления битумов, что достаточно четко видно из данных микроскопии, представленных на рис. 3. При этом весь описанный выше процесс сопровождается значительным увеличением активности ТАЭ относительно некоего базового уровня наблюдаемого при воздействии температур до 200° С, когда имеющиеся в мраморе термонапряжения относительно малы и не оказывают значимого влияния на его состояние.

2. Методическое и аппаратное обеспечение термоакустоэмиссионных измерений

Лабораторная установка, на которой проводились эксперименты, подробно описана в [6]. Она содержит нагревательную трубчатую печь типа Nabertherm RT 50/250/11 с контроллером типа P 320, которая позволяет производить нагрев образцов до 1100 С° с заданной скоростью. В нагреваемую трубу, ось которой ориентирована вертикально, помещается образец горной породы, к которому через волноводы из кварцевого стекла длиной 280 мм подсоединены преобразователи акустической эмиссии (АЭ). С торцов эта труба закрыта заглушками.

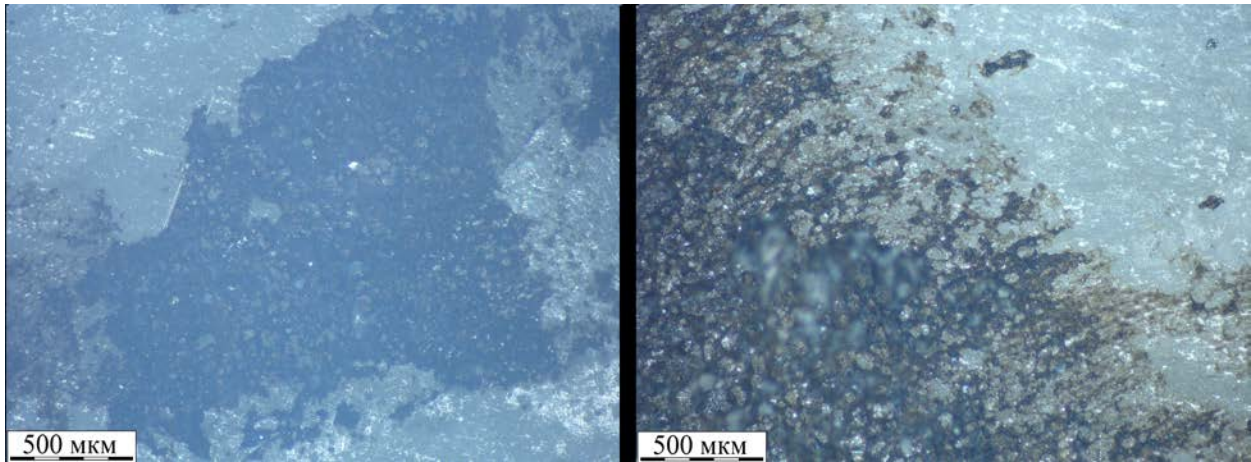


Рис. 3. Область скопления битумных включений разной степени окисленности на поверхности образца, наблюдаемая при температуре его нагрева до 425° С

Для измерения температуры внутри образца в него помещаются термопары. Для прижатия друг к другу преобразователей АЭ, волноводов и образца горной породы используется груз, устанавливаемый на верхнем преобразователе. Все параметры регистрируются с помощью акустоэмиссионной системы А-Line 32D (ООО «Интерюнис», г. Москва). Эта система принимает и усиливает сигналы АЭ в полосе 30-500 кГц, оцифровывает сигналы с частотой дискретизации 2 МГц и записывает сами сигналы, а также их параметры, на диск компьютера. Преобразователи температуры подключены к двум параметрическим каналам системы, позволяющим вести запись показаний с частотой дискретизации 2 Гц.

Для определения содержания углерода, водорода и азота во включениях, выступающих на поверхности образцов, использовался метод пиролизной хроматографии, реализуемый на приборе производства фирмы «Carlo Erba». Отметим, что пробы брались как в областях, характеризующихся высокой концентрацией включений, так и области практически их не содержащих. Сравнение результатов хроматографического анализа различных групп проб позволило учесть и исключить вклад разложения мрамора в общий результат. Это, в свою очередь, обеспечило высокую достоверность выявления концентрации веществ, содержащихся в исследуемых включениях.

Изучение поверхности образцов проводилось на оптической установке, состоящей из микроскопа OLYMPUS 51 BX, видеосистемы, блока регистрации и обработки данных.

Испытаниям подвергались образцы мрамора размером $19 \times 19 \times 16$ мм, для химического состава которых характерны следующие показатели: CaO (52 - 55,1 %); MgO (0,30 - 1,50 %); SiO₂ (0,41 - 4,57 %); Al₂O₃ (0,06 - 0,25 %); S (0,009 - 0,054 %); P (0,006 - 0,011 %); Fe₂ O₃ (0,012 - 0,119 %); прочие потери при прокаливании (41,17 - 43,75 %).

Средние показатели свойств исследованных образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Средние показатели свойств исследованных образцов

Удельный вес, г/см ³	Пористость, %	Водопоглощение, %	Истираемость, г/см ³	Предел прочности на сжатие, кгс/см ²	Прочность на изгиб, кг/см ²
2,72	0,37	0,1	0,86	1019	701

В процессе испытаний образцы мрамора предварительно подвергались дискретному, с шагом 10 МПа, одноосному механическому сжатию с выдержкой приложенной нагрузки в течение 2 часов. Нагрузка варьировалась от 0 до 2500 кг (до ≈ 80 МПа). Далее образцы нагревались от комнатной температуры до 600° С со скоростью 2,5 град./мин., параллельно с термическим воздействием производилась регистрация параметров акустической эмиссии, а также выборочно полной формы сигналов ТАЭ.

3. Результаты эксперимента

Результат испытания одного из образцов, являющийся характерным для всей совокупности проведенных экспериментов, приведен на рис. 4.

Анализ представленной на рис. 4 зависимости позволяет выделить область повышенных значений активности ТАЭ \dot{N}_z , в несколько раз отличающихся от уровня активности ТАЭ в температурном диапазоне от 50 до 200° С, который был принят за фоновый.

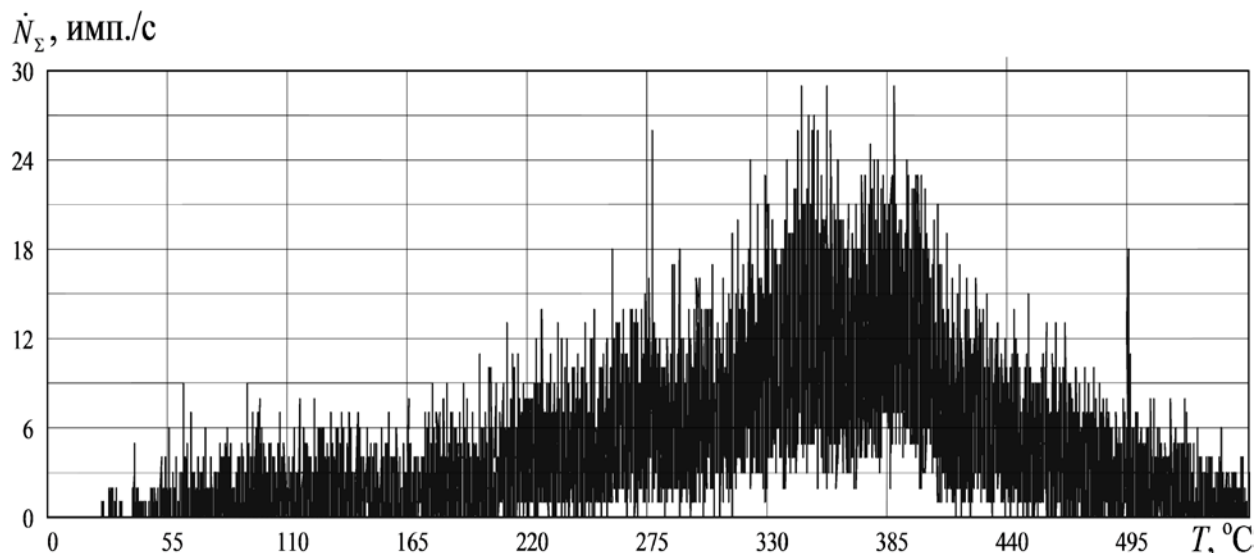


Рис. 4. Залежність активності термоакустичної емісії в функції від температури нагріву образця Кибик – Кордонського мрамора

С целью систематизации результатов серии экспериментов (отличающихся уровнем предварительной механической нагрузки) была выбрана условная «информативная» область с температурными границами 310 °С и 430 °С. Затем для указанной области был произведен расчет среднего значения активности ТАЭ \dot{N}_Σ^* для каждого из испытанных образцов. Результаты указанных расчетов были сведены в единый информационный блок, анализ которого позволил выявить характер влияния предварительной нагрузки образцов на проявления ТАЭ в них.

4. Обсуждение результатов экспериментов.

Результаты проведенных экспериментов отражены на рис. 5, где представлена зависимость средней активности ТАЭ \dot{N}_Σ^* от уровня предварительного напряжения σ_i , испытанных образцами. Соответствующая зависимость может быть условно разбита на 3 участка. Первый из них занимает диапазон от начала отсчета и до $\sigma_i \approx 40$ МПа, что соответствует области линейного деформирования. В этой области вследствие механического нагружения горной породы происходит закрытие существующих трещин и микропор, что ведет к выдавливанию содержащихся в них включений.

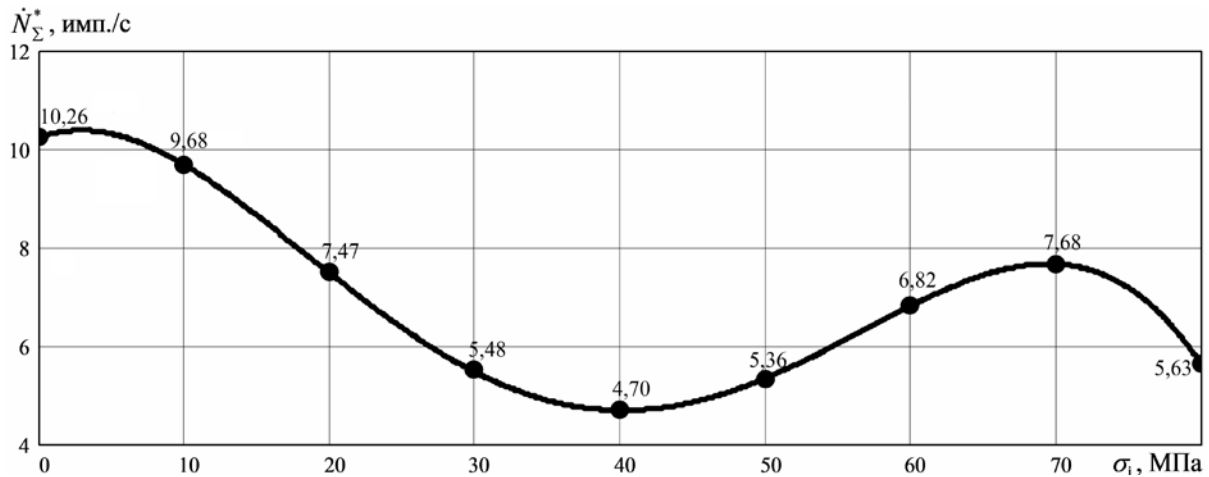


Рис. 5. Зависимость величины \dot{N}_Σ^* в выбранном температурном интервале в функции от степени предварительного одноосного механического нагружения образцов мрамора с напряжением σ_i

Как следствие, интенсифицируется процесс удаления этих включений при нагреве образцов ранее достижения ими температур «информативной» области (от 310 °С до 430 °С). В результате при увеличении σ_i уменьшается количество включений участвующих в формировании уровня активности ТАЭ в указанном выше информативном температурном диапазоне.

Следующий участок зависимости $\dot{N}_\Sigma^* = f(\sigma_i)$ имеет нижнюю и верхнюю границы, соответственно, $\sigma_i \approx 40$ МПа и $\sigma_i \approx 70$ МПа. Характерное для этого участка образование микротрещин сопровождается ростом \dot{N}_Σ^* . При образовании новых внутрискруктурных дефектов происходит перераспределение включений из закрывающихся трещин и пор во вновь образующиеся, т.е. миграция битумов к поверхности образцов вследствие предварительного механического воздействия становится менее массовой с увеличением числа неоднородностей. Таким образом, интенсивное выступание включений на поверхности, с последующим их окислением, в большей мере обуславливается изменением плотности мрамора, максимальные значения которой соответствуют «информативной» температурной области.

Заключительный отрезок анализируемой зависимости, где $\sigma_i > 70$ МПа соответствует области предразрушения породы. Он

характеризується значительним снижением её грузонесущей способности и предвещает относительно скорое разрушение. Фиксируемое при этом снижение уровня \dot{N}_Σ^* обусловлено эффектом «затишья», неоднократно рассматривавшимся в иных работах и заключающимся в падении уровня АЭ непосредственно перед наступлением макроразрушения.

Отметим, что указанные на зависимости $\dot{N}_\Sigma^* = f(\sigma_i)$ «точки перегиба» приближительны, что связано с определенным шагом прилагаемого к образцам одноосного механического нагружения. Так согласно экспериментальным данным, полученным в ходе традиционных механических испытаний, окончание области линейного деформирования для мраморов рассматриваемого типа соответствует напряжению $\sigma_i \approx 36$ МПа, тогда как испытания по описанной выше методике дают значение, соответствующей границы, равное $\sigma_i \approx 40$ МПа. Однако, хотя значения точек переходов из одной области напряженно-деформированного состояния в другую, полученные разными способами, несколько отличаются, все же их сходимость достаточно велика, особенно, если учесть индивидуальность каждой конкретной партии геоматериала.

Выводы.

1. Термоакустоэмиссионные исследования образцов горных пород могут выступать в качестве эффективного инструмента изучения предыстории их механического нагружения и соответствующих стадий деформирования.

2. На основе анализа поведения ТАЭ была выдвинута гипотеза о содержании в белом Кибик–Кордонском мраморе ранее не диагностируемых микроскопических включений, наличие и идентификация которых как битумов подтверждено данными микроскопии и пиролизной хроматографии. Показано, что указанные включения обуславливают рост активности ТАЭ в температурном диапазоне от 310°C до 430°C в зависимости от предварительного нагружения.

3. Важным направлением дальнейших исследований является накопление базы данных о специфике проявления ТАЭ в различных генотипах геоматериалов после их предварительного нагружения механическим способом. Это может позволить уста-

новить закономерности изменения ТАЭ, связанные с переходом горных пород в новую стадию деформирования, а также использовать термоэмиссионные исследования для прогноза динамических явлений в массиве.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 10-05-00141).

СПИСОК ССЫЛОК

1. Лавров В.В., Шкуратник В.Л. Акустическая эмиссия при деформировании и разрушении горных пород (обзор) // Акустический журнал, 2005, том 51, Приложение. – С. 6 – 18.
2. Вильямов С.В., Вознесенский А.С., Набатов В.В., Шкуратник В.Л. О закономерностях и механизмах термоакустической эмиссии гипсосодержащих горных пород // ФТПРПИ, 2009, № 6. – С. 20 – 28.
3. Винников В.А., Вознесенский А.С., Устинов К.Б., Шкуратник В.Л. Теоретические модели акустической эмиссии в горных породах при различных режимах их нагревания // ПМТФ, 2010, № 1. – С. 100 – 105.
4. Винников В.А., Шкуратник В.Л., О теоретической модели термоэмиссионного эффекта памяти в горных породах // ПМТФ, 2008, № 2. – С. 172 – 177.
5. Jones C., Keaney G., Meredith P.G., Murrell S.A.F. Acoustic emission and fluid permeability measurements on thermally cracked rocks // Phys. Chem. Earth. 1997. V. 22. № 1/2. P. 13 – 17.
6. Вознесенский А.С., Шкуратник В.Л., Вильямов С.В., Винников В.А. Установка для акустоэмиссионных исследований горных пород при их нагревании // Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2007. – № 12. – С. 143 – 150.