

УДК 622.02:539.2

ОБ ИДЕНТИФИКАЦИИ ГЕНОТИПОВ ГОРНЫХ ПОРОД ПО ИХ АКУСТОЭМИССИОННОМУ ОТКЛИКУ НА ТЕРМИЧЕСКОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ

Шкуратник В. Л., Вознесенский А. С., Набатов В. В.,
Вильямов С. В.

*(Московский государственный горный университет
г. Москва, Россия)*

Розглянуто можливості ідентифікації гірських порід за результатами термоакустоемісійного аналізу.

Possibilities of rocks identification by results of thermo- and acoustic emission analysis are considered.

ВВЕДЕНИЕ

Физико-механические свойства и структурные особенности горных пород определяются их минеральным составом и генотипом. В связи с этим определение последних может быть отнесено к приоритетным задачам геоконтроля, решение которых осуществляется различными геологическими, физическими и физико-химическими методами исследования [1, 2]. Одним из таких методов является термический анализ (ТА), предполагающий изучение изменений температуры геоматериала при линейно возрастающем во времени тепловом воздействии [3]. Впервые использованный в 1886 году известным французским естествоиспытателем А. Л. Ле Шателье, этот метод впоследствии получил свое развитие за счет комплексирования с термогравиметрическим и дифференциальным термическим анализом (ТГА и ДТА, соответственно). Первый из них предполагает проведение весового анализа геоматериала в процессе его нагревания, а второй - срав-

нительного анализа изменений во времени температуры исследуемого геоматериала и эталонного вещества при их синхронном нагревании. ТГА и ДТА позволили существенно повысить надежность и информативность термического анализа, но не исчерпали всех его возможностей. Об этом, в частности, свидетельствуют проведенные в последнее время теоретические и экспериментальные исследования в области термоакустоэмиссионного анализа (ТАЭА) геоматериалов [4, 5]. В настоящей работе предлагается экспериментальное обоснование идентификации горных пород с помощью ТАЭА. Соответствующая задача решается на примере таких осадочных горных пород, как гипсосодержащие и известняк.

1. ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Исследования акустической эмиссии (АЭ) при нагревании образцов пород осуществлялись на лабораторной экспериментальной установке, подробное описание которой приведено в [6]. Здесь остановимся только на ее особенностях, необходимых для дальнейшего изложения материала. Основой установки является трубчатая печь Nabertherm RT 50/250/11 с контроллером Р 320. Печь способна нагревать образцы до 1100°C с линейным во времени нарастанием температуры. Поскольку температура образца T_{sp} существенно отличается от температуры нагревательной камеры печи T_{ov} , то при испытаниях записываются обе эти величины, т. е. T_{sp} и T_{ov} .

Для регистрации АЭ используется акустоэмиссионная система A-Line 32D, обеспечивающая соответствующие измерения в полосе частот 30-500 кГц. Преобразователи АЭ размещаются на концах кварцевых стержней, выходящих из печи и контактирующих с образцом. В процессе проведения опытов записываются сигналы АЭ, выделяемые по превышению амплитудного порога. Также определяются и параметры АЭ: активность АЭ (ААЭ) - количество событий АЭ в секунду, количество пересечений порога регистрации, энергия, пиковые амплитуды сигналов АЭ и другие. При испытаниях образец размещается в центральной час-

ти печи, производится нагревание с линейным увеличением во времени температуры нагревательного элемента и одновременная регистрация акустической эмиссии и температуры образца.

2. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ НАГРЕВАНИИ ГИПСОСОДЕРЖАЩЕЙ ПОРОДЫ

Как отмечается в публикациях, посвященных исследованию гипса при нагревании [7], процессы, связанные с его фазовыми превращениями, происходят при температурах ниже 220-250° С.

В нашем случае исследовался не чистый гипс, а гипсосодержащая порода Новомосковского месторождения. Поэтому испытания проводились в более широком диапазоне температур от 20° С до 900-980° С со скоростью увеличения температуры 10° С/мин. Это позволяло регистрировать АЭ, возникающую при нагревании не только в гипсе, но и в других составляющих, образующих горную породу.

В рассматриваемом случае образцы имели диаметр 36 мм и высоту 40 мм. На рис. 1 представлены графики зависимостей от температуры печи T_{ov} следующих параметров: температуры образца T_{sp} , производной dT_{sp}/dT_{ov} , ААЭ \dot{N}_Σ и этой величины, сглаженной с помощью скользящего среднего $M(\dot{N}_\Sigma)$. При температуре печи 600° С температура образца также равна 600° С, что говорит об отсутствии, как поглощения, так и выделения тепла. В то же время при температуре печи 350° С температура внутри образца равна 230°С, что свидетельствует о поглощении тепла на этом участке нагрева. По графикам рис. 1 можно отметить, что совпадают моменты времени спада АЭ до нуля и начала отклонения графика температуры образца T_{sp} от линейной зависимости (начало зоны А на обоих рисунках). При обработке результатов серии опытов были построены графики производной температуры образца по температуре печи dT_{sp}/dT_{ov} . Анализ производной в правой части графиков (зона В) позволяет более отчетливо различить два небольших поднятия относительно среднего уровня. При этом на исходном графике T_{sp} только при внимательном визуальном анализе можно заметить отклонения от линейности, что связано с присутствием в составе горной породы доломита. Об-

ласть температур зоны *B* чётко совпадает с пониженным уровнем ААЭ, что заметно как на обычных графиках ААЭ \dot{N}_Σ , так и на сглаженных их вариантах $M(\dot{N}_\Sigma)$. Характерными для гипса особенностями обладает участок *A*, а также и предшествующий ему диапазон температур (рис. 1).

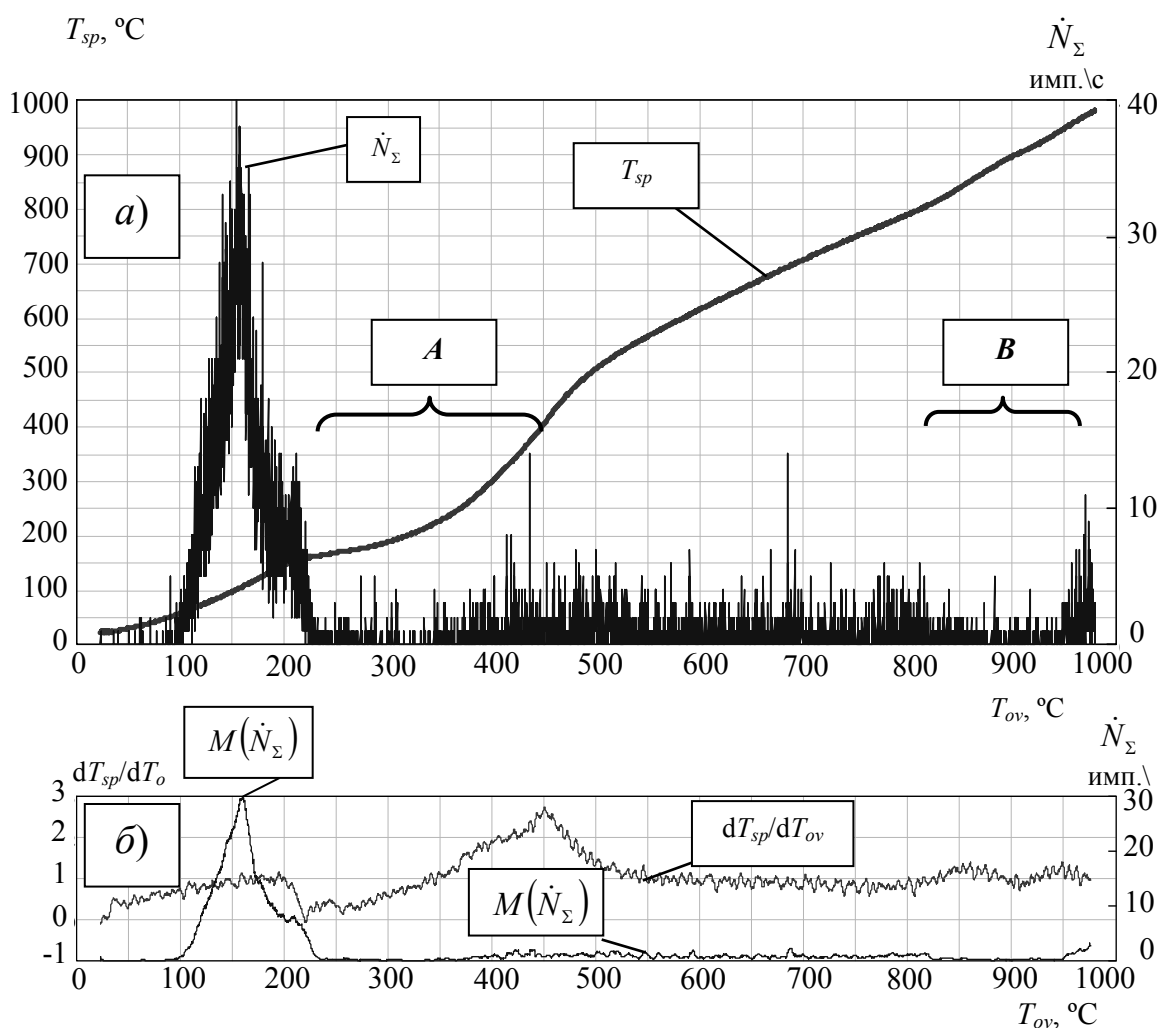


Рис. 1. Графики зависимостей ААЭ \dot{N}_Σ и температуры внутри образца T_{sp} (а), а также производной температуры образца по температуре печи dT_{sp}/dT_{ov} и сглаженной скользящим средним ААЭ $M(\dot{N}_\Sigma)$ (б) при увеличении температуры нагревательного элемента печи T_{ov} от 20° С до 970° С

Подъём активности АЭ при температурах 50-140° С связан с удалением свободной воды [8], находящейся в гипсе. В диапазоне температур внутри образца 140-150° С наблюдается резкое снижение и далее - почти полное исчезновение АЭ до температуры 350° С. Этому диапазону температур соответствует участок *A*, на первой части которого значения производной dT_{sp}/dT_{ov} меньше 1, что говорит о меньшей температуре внутри образца по сравнению с температурой печи и о поглощении тепла (рис. 1, б). Т.е. можно констатировать, что фазовые превращения сопровождаются снижением ААЭ.

После завершения химической реакции за счёт большой разницы температур образца и печи образец быстро нагревается, что соответствует высоким значениям производной во второй половине зоны *A*. Далее до конца опыта температура внутри образца и температура печи практически не отличаются друг от друга. На отрезке 810-970° С и более (зона *B*) проявляется процесс, подобный происходящему в зоне *A*. Как следует из графика dT_{sp}/dT_{ov} на рис. 1, б, производная от температуры образца T_{sp} отмечает начало этого процесса увеличением своих значений. Подобное поведение температурной кривой отличается от поведения графиков в зоне *A*. В то же время в зоне *B* также отмечается падение ААЭ, подобное происшедшему в зоне *A*. Т. е. как в одном, так и в другом случаях химические изменения сопровождаются пониженным уровнем ААЭ.

3. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ НАГРЕВНИИ ИЗВЕСТНЯКА

Для сравнения приведем также результаты испытаний образцов известняка Тигинского месторождения (Краснодарский край). Они представлены на рис. 2. Как следует из приведенных результатов, для известняка характерно монотонное изменение графиков зависимости $T_{sp}(T_{ov})$ и ее производной, не имеющее каких-либо провалов или выбросов вверх. Кривая усредненной активности АЭ $M(\dot{N}_s)$ (рис. 2, б) монотонно возрастает до температуры $T_{ov} = 750^\circ \text{C}$, где наблюдается максимум, после чего происходит снижение значений этой величины. Поскольку в данном

случае не наблюдается явно выраженных процессов поглощения тепла, связанных с фазовыми переходами, здесь не наблюдается и значительных снижений ААЭ, которые наблюдались для гипсо-содержащей породы.

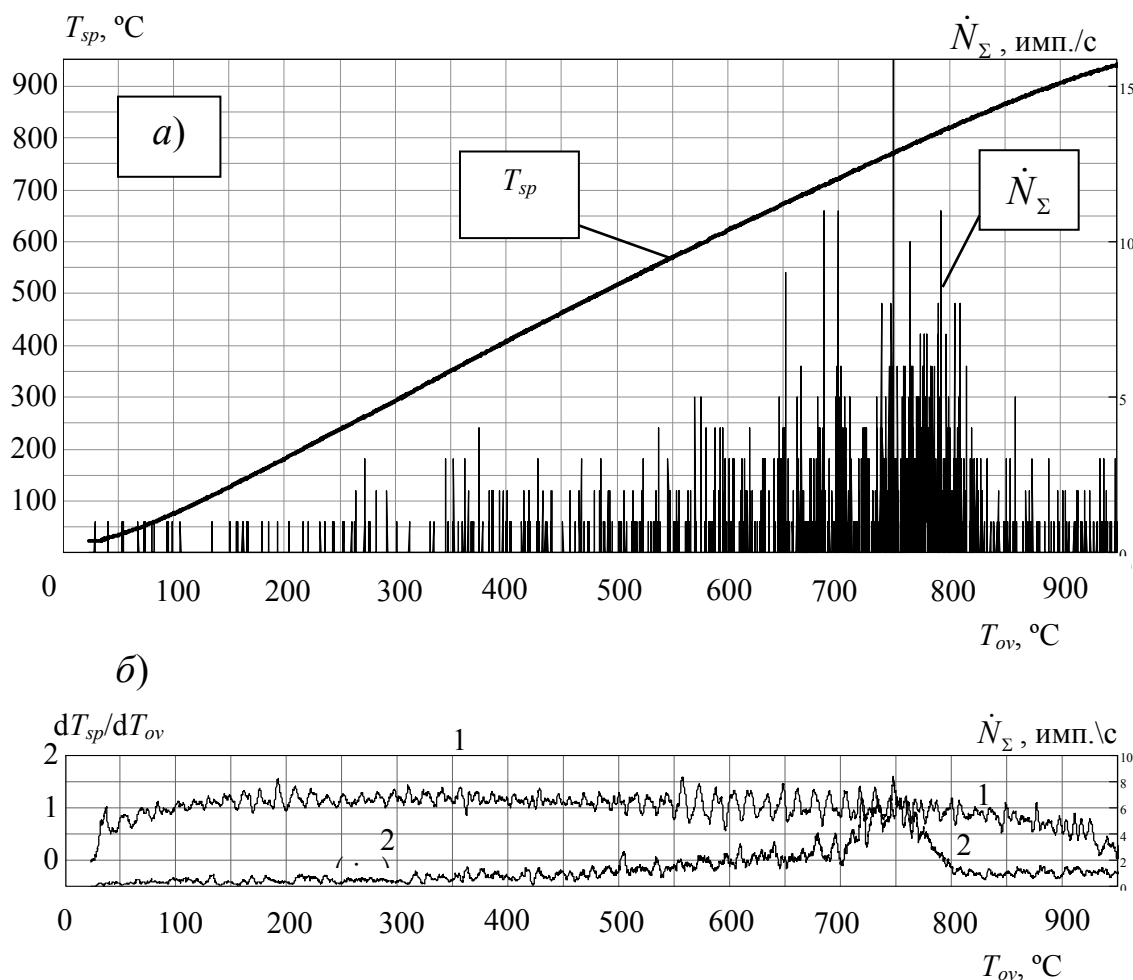


Рис. 2. Графики зависимостей от температуры нагревательного элемента печи T_{ov} параметров: температуры образца T_{sp} , активности акустической эмиссии \dot{N}_Σ (а), производной температуры образца по температуре нагревательного элемента dT_{sp}/dT_{ov} (б, 1) и усредненной активности акустической эмиссии $M(\dot{N}_\Sigma)$ (б, 2) для известняка Тигинского месторождения

В диапазоне от 350°C до 800°C температура в образце несколько превышает температуру нагревательного элемента печи.

Это говорит о постепенном химическом преобразовании известняка в негашеную известь, сопровождающемся выделением углекислого газа.

4. ОБСУЖДЕНИЕ И АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

Сравнение приведенных на рис. 1 и 2 графиков зависимостей позволяет сделать выводы о том, что для исследованных пород характерны присущие только каждой из них особенности изменения регистрируемых параметров, что позволяет производить идентификацию, т. е. определение принадлежности каждой из них к определенному генотипу. Для этого может быть использован ряд признаков, характерных для определенных диапазонов температур.

Табл. 1 содержит характеристику таких акустоэмиссионных и термических признаков, проявляющих себя при нагревании пород. В таблице представлены 4 идентификационных признака, рассматриваемых каждый в 5 температурных интервалах.

Таблица 1

Идентификационные акустоэмиссионные и температурные признаки генотипов гипсосодержащей породы и известняка

| Признак | Температура, °С | | | | | | | | | |
|---|------------------------|------------|---------|---------|------------|-----------|---------|---------|---------|----------|
| | Гипсосодержащая порода | | | | | Известняк | | | | |
| | 75-150 | 150-500 | 500-700 | 700-850 | 850-1000 | 75-150 | 150-500 | 500-700 | 700-850 | 850-1000 |
| Температура образца выше температуры нагревательного элемента печи | - | - | + | - | - | - | - | + | + | + |
| Температура образца ниже температуры нагревательного элемента печи | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - |
| Повышенный уровень ААЭ | + | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| Пониженный уровень ААЭ | - | +(150-375) | - | - | +(825-950) | - | - | - | - | - |

Присутствие соответствующего признака отмечено знаком плюс, а отсутствие – знаком минус. Таким образом, общее число генотипов пород, которые могут быть охарактеризованы в данном случае, равно 40.

ВЫВОДЫ

1. При нагревании различные генотипы горных пород проявляют индивидуальные особенности зависимостей температуры образца и активности акустической эмиссии от температуры нагревательного элемента печи.

2. Осуществление идентификации пород возможно по ряду признаков, проявляющих себя в заданных температурных интервалах; такими признаками являются большая или меньшая температура образца по сравнению с температурой нагревательного элемента печи, а также больший или меньший уровень активности акустической эмиссии по сравнению с величиной этого показателя, усредненной по всему диапазону температур.

3. Термоакустоэмиссионный анализ может рассматриваться как дополнение к традиционному методу термического анализа горных пород при решении задач идентификации их генотипов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант 07-05-00045-а.

СПИСОК ССЫЛОК

1. Ермолов В. А., Ларичев Л. Н., Мосейкин В. В. Геология. Ч. I. Основы геологии: Учебник для вузов. М.: Изд. Горная книга, 2004, 598 с.
2. Методы минералогических исследований. Справочник. Под ред. А. И. Гинзбурга. М.: Недра, 1985, 512 с.
3. Термический анализ минералов и горных пород. Л.: Недра, 1974, 399 с.
4. Шкуратник В. Л., Кучурин С. В., Винников В. А. Закономерности акустической эмиссии и термоэмиссионного эффекта памяти в образцах угля при различных режимах термического воздействия // ФТПРПИ, 2007, № 4, с. 61-70.

5. Винников В. А., Шкуратник В. Л. О теоретической модели термоэмиссионного эффекта памяти в горных породах // ПМТФ, 2008, № 2, с. 172-177.
6. Особенности механоэлектрических преобразований в диэлектрических материалах в области структурных фазовых превращений / Т. В. Фурса, Е. П. Найден, К. Ю. Осипов, Р. У. Усманов // Журнал технической физики, 2004, том 74, вып. 12, с. 52 – 55.
7. Установка для акустоэмиссионных исследований горных пород при их нагревании / Вознесенский А. С., Шкуратник В. Л., Вильямов С. В., Винников В. А. // Горный информационно-аналитический бюллетень, 2007, № 12, с. 143 - 150.
8. Грунтоведение / Под ред. В. Т. Трофимова. М.: Изд-во МГУ, 2005. 1024 с.