

PASC: 81.40.Lm, 83.10.Bb, 83.80.Nb, 81.40.Vw

А.К. Кириллов, В.В. Слюсарев

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА УПЛОТНЕНИЯ ИСКОПАЕМЫХ УГЛЕЙ ПРИ ДЕФОРМИРОВАНИИ ОБРАЗЦОВ В КАМЕРЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

Институт физики горных процессов НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина  
E-mail: kirillov@zero.fti.ac.donetsk.ua

Статья поступила в редакцию 22 апреля 2006 года

*Рассмотрена возможность применения модели уплотнения пористых и порошковых материалов к процессу деформирования образцов угля до 1.25 GPa. Показано, что изменение коэффициентов внутреннего трения и сдвигового сцепления характеризует последовательность механизмов деформации образцов и позволяет определять их пористость на различных этапах нагружения.*

### Введение

Изучение физико-механических свойств ископаемого угля при высоких давлениях [1] остается актуальной задачей. Методы гидростатического и неравнокомпонентного воздействия позволяют исследовать структуру неоднородной среды углей, механизмы деформирования и разрушения образцов угля в процессе нагружения.

Одной из особенностей изменения плотности с повышением давления при одноосном сжатии образцов является стадийность, характеризующаяся скачкообразным изменением плотности на различных этапах прессования. Такое поведение кривой нагружения определяется изменением внутренней структуры материала. Подобная стадийность была обнаружена для бурых и каменных углей в [1–3]. Она выражалась в изменении наклона кривой в графическом представлении зависимости относительной плотности от давления прессования. Согласно [4] каждая стадия характеризуется относительной интенсивностью процессов разрушения и проскальзывания отдельных частиц – конгломератов, порошковых и структурно-неоднородных образцов.

При изучении процесса прессования нанопорошков предполагается [4], что уплотнение частиц происходит за счет двух механизмов – относительно проскальзывания и поворота и дробления. Тогда величина предела интенсивности касательных напряжений может быть оценена по формуле, используемой в теории сыпучих сред:

$$\tau_0 = K + \alpha P, \quad (1)$$

где  $K$  – коэффициент сдвигового сцепления,  $\alpha$  – коэффициент внутреннего трения. В отличие от металлов, где относительная плотность  $\rho = \rho'/\rho_k \rightarrow 1$  при увеличении давления прессования  $P \rightarrow \infty$ , в порошковых материалах эта величина стремится к некоторому значению относительной плотности, которая меньше единицы. Это предельное значение является корнем уравнения

$$\sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\sqrt{1-\rho}}{\rho^2} = \alpha. \quad (2)$$

Каждая стадия уплотнения характеризуется своими значениями коэффициентов  $K$  и  $\alpha$ , которые можно определить из линейных уравнений вида

$$y = \alpha_i + K_i x, \quad (3)$$

где  $x = \frac{1}{P}$ ,  $y = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\sqrt{1-\rho}}{\rho^2}$ . В этих координатах кривая уплотнения выглядит в виде ломаной, каждое звено которой соответствует определенной стадии уплотнения.

Данная модель была распространена на пористые материалы, обладающие неоднородной структурой матрицы [7]. В обоих случаях условие пластичности при деформировании образца задается уравнением

$$\frac{P^2}{\Psi(\theta)} + \frac{\tau^2}{\varphi(\theta)} = (1-\theta)\tau_0^2, \quad (4)$$

где  $\Psi(\theta)$  и  $\varphi(\theta)$  – функции пористости  $\theta$ ;  $\tau$  – девиатор напряжения.

Представляет интерес применение данной теории деформирования для ископаемых углей, поскольку она позволяет определять изменение пористости образцов угля, подвергаемых нагружению давлением.

### Определение коэффициентов внутреннего трения и сдвигового сцепления

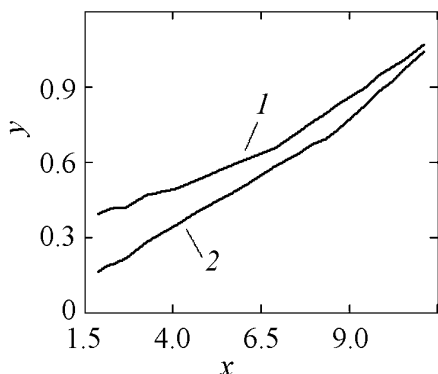
Рассмотренная выше методика определения коэффициентов  $\alpha$  и  $K$  была нами использована для кривых нагружения при прессовании бурого и каменного углей в интервале давлений 100–500 МПа [2], а также для процесса уплотнения порошковой фракции каменного угля и цилиндрических образцов с нагружением до 1.25 GPa в камере высокого давления (КВД), созданный в ИФГП [1,3].

Авторы [2] подвергали сжатию образцы угля, предварительно размельченные до фракций размером  $(4-5) \cdot 10^{-3}$  м. Исходные кривые нагружения указывают на существование стадий уплотнения. Последние выражаются в наличии ступенчатости в графической зависимости относительного изменения плотности  $R = \rho/\rho_0 - 1$  от давления нагрузки.

В соответствии с теорией, представленной выше, необходимо перейти к относительной плотности  $z = \rho/\rho_k$ , где  $\rho$  и  $\rho_k$  – плотности образца соответственно кажущаяся и теоретическая (т.е. беспористая):

$$z_i = \frac{\rho_i}{\rho_k} = \left( \frac{\rho_i - \rho_0}{\rho_0} + 1 \right) \frac{\rho_0}{\rho_k}, \quad (5)$$

где  $\rho_0$  – начальная плотность. Так как в [2] не указаны абсолютные значения  $\rho_0$  и  $\rho_k$ , переход к основной формуле метода (3) для величины  $z$  был проведен при  $\rho_0/\rho_k = 0.53$  и  $0.4$  для каменного и бурого углей соответственно. При этом относительное предельное изменение плотности составило  $0.89$  и  $1.5$ .



**Рис. 1.** Кривые нагружения для образцов каменного (1) и бурого (2) углей в координатах  $x, y$

После перехода к координатам  $y, x$  зависимости изменения плотности от давления нагружения преобразуются к виду, представленному на рис. 1. Расчетные значения коэффициентов внутреннего трения  $\alpha$  и сдвигового сцепления  $K$  показаны в табл. 1.

Другой пример такого подхода – использование экспериментальных данных из [1,3]. Исходные кривые представлены для относительного изменения плотности  $\Delta\rho_i/\rho_0 = (\rho_i - \rho_0)/\rho_0$ , где  $\rho_0$  – кажущаяся плотность (до начала сжатия). Для перехода к переменной  $z_i$  необходимо записать равенство

$$z_i = \frac{\rho_i}{\rho_k} = \frac{\rho_0}{\rho_k} \left( 1 + \frac{\Delta\rho_i}{\rho_0} \right). \quad (6)$$

Таблица 1

**Значения коэффициентов  $K_i$  и  $\alpha_i$  для различных этапов прессования углей, полученные по данным [2]**

№ этапа	Каменный уголь			Бурый уголь		
	$P, \text{ МПа (min-max)}$	$\alpha$	$K, \text{ МПа}$	$P, \text{ МПа (min-max)}$	$\alpha$	$K, \text{ МПа}$
1	100–159	0.017	103	91–118	0.14	209
2	159–237	0.274	62	118–261	0.85	125
3	289–389	0.394	25	261–352	0.984	92
4	389–474	0.202	99	352–474	0.937	108
5	524–705	0.324	47	474–578	1.114	25
6	–	–	–	578–705	0.900	151

Здесь для сжатия порошка угля марки Т использовали КВД [1]. Нагрузку изменяли от  $0.1$  до  $1.25 \text{ GPa}$ . Результаты обработки исходной кривой показаны в табл. 2. Поскольку величина  $\rho_0/\rho_k$  неизвестна, ее подбирали так, чтобы коэффициент внутреннего трения был больше нуля на всех этапах прессования.

В [1,3] приводятся также данные для относительного изменения объема  $\Delta V/V_0$  образцов угля марки Т в КВД при температурах от  $20$  до  $260^\circ\text{C}$ . Образцы в этих экспериментах вырезали в виде цилиндров. Были обработаны три кривые: для  $20, 100$  и  $260^\circ\text{C}$ . Переход к переменной  $z_i$  проведен согласно формуле

$$z_i = \frac{\rho_0}{\rho_k} \left( 1 - \frac{\Delta V_i}{V_0} \right)^{-1} \quad (7)$$

Таблица 2

Значения коэффициентов  $K_i$  и  $\alpha_i$  для различных этапов прессования  
порошковой фракции каменного угля, полученные по данным [3]

№ этапа	$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа
1	100–427	0.574	129.3
2	427–720	0.153	321.4
3	720–1013	0.287	219.8
4	1063–1260	0.288	175.4

В табл. 3 представлены данные для величин  $\alpha$  и  $K$ . Поскольку все образцы относились к одной марке угля, было принято значение начальной плотности  $\rho_0 = 1.1 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ , а теоретической –  $\rho_k = 1.52 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ .

Таблица 3

Значения коэффициентов  $K_i$  и  $\alpha_i$  для различных этапов прессования  
каменного угля, полученные по данным [3]

№ этапа	20°C			260°C		
	$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа	$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа
1	100–168	0.825	26.6	100–176	0.780	21.3
2	202–351	0.807	31.7	153–229	0.538	65.6
3	404–557	0.677	80.7	248–404	0.495	81.3
4	603–801	0.496	182.2	404–729	0.311	157.5
5	855–1225	0.287	359.4	878–1244	0.009	401.0

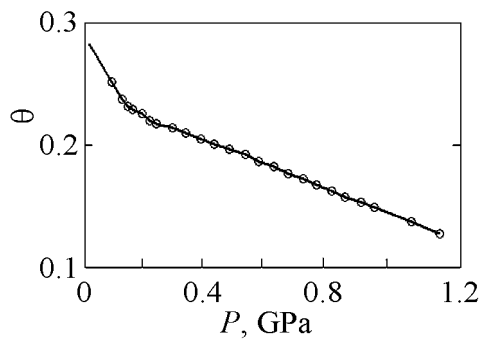
Подобная процедура, проделанная для кривой уплотнения образцов при различных температурах, позволила найти значение теоретической плотности  $\rho_k$ , которое можно принять за значение плотности без пор. Теперь можно определить пористость образца угля на любой стадии уплотнения.

### Определение пористости

Если известна плотность  $\rho_k$ , то относительная пористость образцов будет равна  $\theta = V_p/V$ , где  $V_p$ ,  $V$  – объемы соответственно пор и образца. Поскольку масса последнего остается неизменной в процессе уплотнения,  $m = V\rho = V_k\rho_k = \text{const}$ . Поэтому пористость связана с относительной плотностью выражением

$$\theta = \frac{V_p}{V} = \frac{V - V_k}{V} = 1 - \frac{V_k}{V} = 1 - \frac{\rho}{\rho_k} \quad (8)$$

Если известны значения плотности до нагружения и  $\rho_k$ , то максимальная (начальная) пористость будет равна  $\theta_0 = 1 - \rho_0/\rho_k$ .



**Рис. 2.** Изменение пористости при нагружении образца угля марки Т (температура 20°C)

Графически эта зависимость имеет вид, показанный на рис. 2.

Можно заметить, что на кривой выделяются два линейных участка. Поэтому были построены два уравнения регрессии:

1)  $P < 153$  МПа –

$$\theta = 0.287 - 3.71 \cdot 10^{-4} P, \quad (9)$$

2)  $229 < P < 1225$  МПа –

$$\theta = 0.242 - 9.31 \cdot 10^{-5} P. \quad (10)$$

При вычислениях использовались значения  $\rho_0$  и  $\rho_k$ , полученные выше. Непосредственное применение формулы (8) для вычисления начального значения пористости дает  $\theta = 0.28$ , что хорошо согласуется с (9).

Аналогично были получены уравнения, связывающие пористость с величиной давления, для эксперимента с использованием КВД при температуре 100°C:

1)  $P < 153$  МПа –

$$\theta = 0.265 - 2.62 \cdot 10^{-4} P, \quad (11)$$

2)  $202 < P < 1225$  МПа –

$$\theta = 0.234 - 1.06 \cdot 10^{-4} P. \quad (12)$$

Покажем, с какой точностью выполняются данные уравнения. Для этого оценим значимость коэффициентов  $b_0$  и  $b_1$ . Согласно общей теории [5] для линейного уравнения регрессии  $Y = b_0 + b_1 X$  выборочные дисперсии для коэффициентов уравнения вычисляются из равенств

$$S_{b_0}^2 = \left[ \frac{1}{n} + \frac{\bar{x}^2}{S^2(x)} \right] S^2, \quad S_{b_1}^2 = \frac{S^2}{S^2(x)}, \quad (13)$$

где  $n$  – количество экспериментальных точек, а  $S$  равно

$$S = \sqrt{\sum_{j=1}^n (Y_j - b_0 - b_1 x_j)^2 / (n - 2)}. \quad (14)$$

Доверительный интервал для вероятности  $P = 1 - \gamma = 0.95$  определим с помощью распределения Стьюдента. Коэффициент  $t_{n-2, 1-\gamma/2}$  получим из соответствующих таблиц [5].

Тогда имеем для (9)  $b_0 = 0.29 \pm 0.03$ , для (10)  $b_0 = 0.242 \pm 0.004$  (температура 20°C). Для температуры 100°C имеем соответственно  $b_0 = 0.26 \pm 0.03$ ,  $b_1 = -2.6 \cdot 10^{-4} \pm 2.6 \cdot 10^{-5}$  (уравнение (11)) и  $b_0 = 0.234 \pm 0.005$ ,  $b_1 = -(1.063 \pm \pm 0.002) \cdot 10^{-4}$  (уравнение (12)).

### Обсуждение

Резкое изменение характера зависимости (тангенса угла наклона) пористости от давления (рис. 2) указывает на смену механизма уплотнения угольного вещества. В то же время это означает, что преобладающим становится механизм разрушения мелких агрегатов, которые можно сопоставить с кристаллитами. При температурах 100 и 200°C значения коэффициента  $\alpha$  близки к нулю на конечной стадии деформирования в КВД, т.е. при  $P \geq 900$  МПа происходит пластическая деформация образцов.

Первый этап нагружения в КВД соответствует процессам проскальзывания частиц порошка или закрытия открытых пор и трещин. На последующей стадии деформирования происходит в основном за счет ликвидации закрытой пористости. Если принимать данную гипотезу, то граничное значение давления  $P \cong 153$  МПа определяет первый этап деформирования. Подстановка этого значения в уравнение (9) дает величину  $\theta = 0.23$ , в то время как  $\theta_0 = 0.287$ . Разность указанных значений можно отнести к величине открытой пористости  $\theta_{op} = 0.057$  или 5.7%. Применение такой же процедуры для уравнения (11), полученного при температуре деформирования 100°C, дает  $\theta_{op} = 0.04$ .

Попробуем на основании уравнений (10) и (12) оценить изменение пористости при давлениях 1.25 и 1.6 ГПа. Полученный результат представлен в табл. 4. Как видно, пористость уменьшилась в 2–4 раза по отношению к начальному значению.

Таблица 4

Изменение пористости угля марки Т при высоких давлениях

Вариант	$P = 1.25$ ГПа		$P = 1.6$ ГПа	
	Пористость	Изменение пористости	Пористость	Изменение пористости
20°C	0.13	2.2	0.093	3.1
100°C	0.10	2.5	0.064	4.1

### Заключение

Предлагаемый подход измерения пористости угольных образцов основан на модели деформирования порошковых и пористых материалов, которая является обобщением модели деформирования упругопластических сред [1,6–8] и, по нашему мнению, адекватно описывает существенно неодно-

родную структуру и процесс деформирования образцов ископаемых углей. Достоинство этого подхода – возможность проследить процесс уплотнения на отдельных этапах, различающихся степенью агрегирования и характерным масштабом конгломератов неоднородной пористой среды.

Несмотря на то, что даже при одноосной нагрузке, достигающей 1.25–2.0 GPa [1], не удастся достичь структуры вещества и плотности, при которой пористость полностью ликвидирована, тем не менее по характеру кривой деформирования, построенной в переменных  $(x, y)$ , удастся определить значение теоретической плотности каркаса пористой среды  $\rho_k$ .

Особенностью предлагаемого подхода является необходимость получения кривой деформирования образцов угля при двух температурах:  $\approx 20$  и  $\approx 200^\circ\text{C}$ . Только при этом условии удастся достаточно близко подойти к значению теоретической плотности  $\rho_k$  и, как следствие, определить полную пористость образца до начала процесса деформирования.

Авторы выражают искреннюю благодарность Я.Е. Бейгельзимеру и Э.В. Чайке за консультации при подготовке данной статьи.

1. Т.А. Василенко, П.И. Поляков, В.В. Слюсарев, ФТВД **10**, № 3, 72 (2000).
2. Н.К. Неронин, О.П. Варанкина, ФТВД вып. 30, 52 (1989).
3. В.В. Слюсарев, Определение порового объема ископаемого угля с целью прогноза газовыделения, Дисс. ... канд. техн. наук, Донецк (2003).
4. Г.Я. Акимов, Я.Е. Бейгельзимер, В.М. Тимченко, Э.В. Чайка, ФТВД **9**, № 2, 44 (1999).
5. Н. Джонсон, Ф. Лион, Статистика и планирование эксперимента в технике и науке. Методы обработки данных, Мир, Москва (1980).
6. М.Б. Штерн, Г.Г. Сердюк, П.Ю. Максименко и др., Феноменологические теории прессования порошков, Наукова думка, Киев (1982).
7. Я.Е. Бейгельзимер, А.П. Гетманский, Л.И. Алистратов, Порошковая металлургия № 12, 11 (1986).
8. Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин, Б.М. Эфрос, Физическая механика гидростатической обработки материалов, ДонФТИ НАН Украины, Донецк (2000).

*A.K. Kirillov, V.V. Slyusarev*

## INVESTIGATION OF COAL DENSIFICATION PROCESS BY DEFORMATION OF SAMPLES IN THE HIGH PRESSURE CHAMBER

The opportunity of application of the compression theory of porous and powder materials to process of coal deformation by high pressure up to 1.25 GPa is investigated. It is shown that change of coefficients of internal friction and shear ganging characterizes the sequence of deformation mechanisms of coal samples and enables to define their porosity at different stages of applied pressure.

**Fig. 1.** Curves of loading for samples of fossil (1) and brown (2) coals in coordinates  $x, y$

**Fig. 2.** Dependence of porosity of the rank T coal sample on the loading at a temperature of  $20^\circ\text{C}$