

УДК 531.731

**МЕТОД И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОЦЕНКИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ
ПОКАЗАТЕЛЕЙ ПОРИСТОСТИ ПО ПОВЕРХНОСТИ АНШЛИФА УГЛЯ**

А. С. Танайно¹, Б. Б. Сиволап¹, Е. А. Максимовский², О. А. Персидская¹

¹*Институт горного дела им. Н. А. Чинакала СО РАН, E-mail: tanaino@misd.ru,
Красный проспект, 54, 630091, г. Новосибирск, Россия*

²*Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН,
просп. Академика Лаврентьева, 3, 630090, г. Новосибирск, Россия*

Метод основан на капиллярном проникновении люминесцирующей жидкости (краситель ЕроDye) в мельчайшие полости и трещины поверхности аншлифов. Визуализация заполненных люминофором пустот осуществляется ультрафиолетовым светом под объективом оптического микроскопа с последующей количественной оценкой пустот по их видам, размерам и занимаемым площадям. Приводятся примеры результатов измерений и статистический характер их распределения.

Уголь, плоская пористость, флюоресценция, микроскопический и структурный анализ, лабораторный эксперимент

Актуальность показателя “пористость” горных пород и углей общеизвестна. Не случайно для целей ее измерения предложено более 300 (с 1924 г. и по настоящее время) авторских свидетельств на способы и устройства их осуществления (см. архив патентов [1]), базирующихся на принципах: насыщения флюидами, ртутной и газовой порометрии, пикнометрии, пневмодинамики, акустики, малоуглового рентгеновского и нейтронного рассеяния и др. [2–11]. Отметим, что подавляющая их часть в большей или меньшей степени достоверности ориентирована на оценку показателя пористости без соответствующей количественной оценки распределения компонентов пустот по размерам. Под компонентами, определяющими пористость (или пустотность) горных пород, принято понимать: поры, каверны, микротрещины и прочие дефекты [12, 13].

Ранее нами выполнены исследования для учета влияния показателя пористости на прочность горных пород, процессы их бурения и абразивность [14, 15]. Для горных пород анализировалась только общая пористость без учета компонентов ее слагающих и их размеров. Показатели пористости особо значимы для углей в части количественного распределения по компонентам пустотности и их геометрическим размерам.

Для оценки распределения размеров компонентов пористости по поверхности аншлифов горных пород используются сканирующие микроскопы с соответствующим программным обеспечением [16]. Однако воспользоваться этим методом для исследования угольных образцов практически невозможно без специального оснащения. Поясним это на примере рис. 1. На микроснимке горной породы (а) поры визуализируются черными пятнами, а на микроснимке угольного образца (б) пустоты контрастно не отображаются. Просматриваются лишь контуры структурных отдельностей.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 15-55-15046) в рамках соглашения РФФИ-CNRF (Projet International de Cooperation Scientifique PICS06582) на оборудовании ЦКП геохимических, геофизических и геодинамических измерений СО РАН.

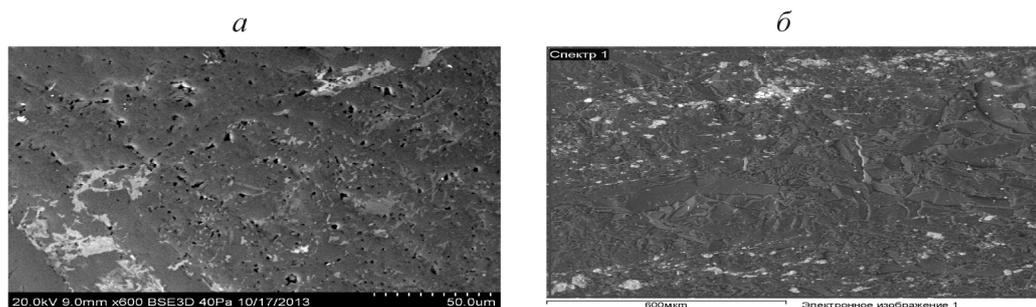


Рис. 1. Микроснимки шлифов горной породы (а) и угля (б)

Развиваемые в последние годы методы компьютерной томографии [17, 18] по той же причине не решают эту задачу, как и использование фрактального анализа для оценки структуры поверхностей шлифов [19, 20]. При этом известен метод визуализации невидимых “невооруженным глазом” дефектов в деталях машин посредством капиллярного насыщения пустот люминесцирующим пенетрантом [21]. Подобный подход предложен и применительно к визуализации характера трещиноватости карбонатных пород [22].

Сущность предлагаемого нами метода базируется на использовании физических эффектов: капиллярного насыщения пустот люминофором, сорбции и люминесценции вещества в источнике ультрафиолетового света. Соответствующим микроскопическим анализом люминесцирующих объектов на поверхности шлифа определяются показатели пористости, количественно характеризующиеся распределением компонентов пустот по размерам, максимальным и средним их условным диаметрам. Общая пористость определяется как отношение суммарной площади пустот на плоскости к обозреваемой площади.

Метод реализован с помощью соответствующего оборудования в следующей последовательности.

Отбор материала для шлифа. Возникающие здесь затруднения обусловлены чрезмерной трещиноватостью (возможно, экзогенной) углей и необходимостью соблюдения рекомендаций с целью получения ненарушенной поверхности, в максимальной степени отражающей реальную микроструктуру образца [23]. Для изготовления шлифа используют кусок угля из обнажения или керна. На одной из сторон куска формируется плоскость посредством отрезки и последующей грубой шлифовки. После сушки (3–4 ч) при температуре ($\approx 50^{\circ}\text{C}$) и очистки от пыли (продувка сжатым воздухом) на подготовленную плоскость куска наносится люминесцирующий краситель. Покрытая красителем заготовка выдерживается при комнатной температуре (1–2 ч) в затемненных условиях. Затем на шлифовальном станке выполняется снятие фона от красителя. В результате получаем плоскость, на которой под ультрафиолетовым облучением визуализируются крупные трещины и площадки между ними (рис. 2).

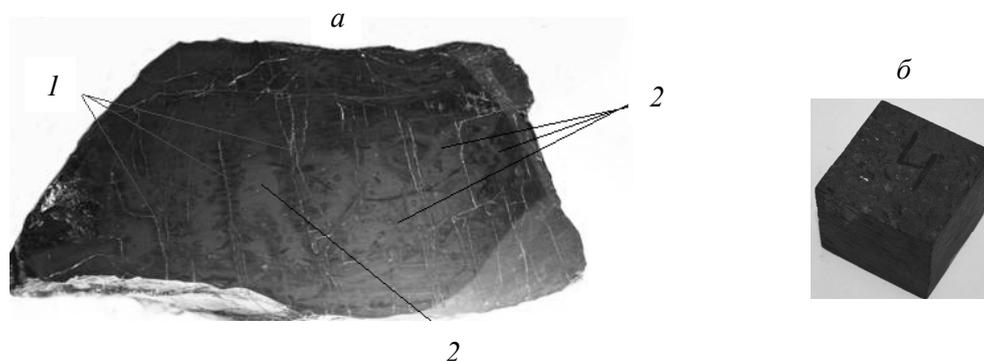


Рис. 2. Плоскость поверхности куска угля насыщенного люминофором (а); заготовка для шлифа (б); 1 — крупные трещины; 2 — площадки между ними

Изготовление анишлифа угля. На куске угля (рис. 2а) выбирают площадки между крупными трещинами, из которых вырезают заготовки для анишлифов (рис. 2б) в виде кубиков (или параллелограммов), с размером сторон не более 2 см. Две противоположенные стороны образца подвергают сначала шлифовке, а затем полированию. Для окончательной полировки используется алмазная паста с размерами частиц не более 0.05 мкм. После сушки ($\approx 50^\circ\text{C}$ в течение 1–2 ч) и удаления пылевидных частиц анишлиф помещается в устройство для насыщения люминофором в условиях низкого вакуума, т. е. на образец наносится сорбирующее вещество, способствующее выявлению дефектов, которые имеют внутренний объем. Естественно, что объекты неглубокого заложения содержат небольшое количество люминофора и практически не проявятся, так как жидкость из них вымывается вместе с поверхностной пленкой.

В качестве люминофора применяется порошок ЕроДуе, растворенный в спирте (отношение 1:40). После снятия поверхностной пленки люминофора, не внедрившегося в пустоты (используется тонкая полировка), сушки при атмосферном давлении и комнатной температуре в затемненном сосуде (3–4 ч) анишлиф готов к микроскопическому анализу. Для подготовки анишлифов используется оборудование соответствующей комплектации (рис. 3).

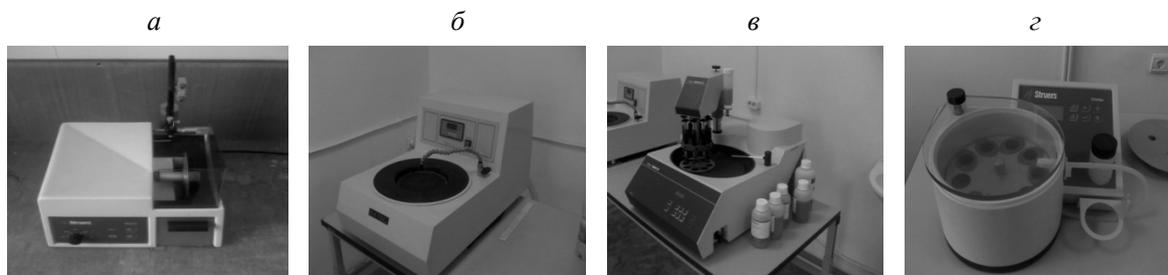


Рис. 3. Комплекс оборудования для подготовки анишлифов угля: а — высокоточная отрезная машина для получения срезов Diskoplan-TS; б — станок для предварительной шлифовки образцов Ehtec; в — полировальная машина RotoPol-35; г — устройство для вакуумной холодной заливки образцов

Оборудование для анализа поверхности анишлифа. Для ультрафиолетового облучения анишлифа под объективом микроскопа разработана специальная конструкция, представляющая собой платформу на стойке с прикрепленными к платформе светодиодами ультрафиолетового света (рис. 4а). Характеристика светодиодов: тип — 530MUV9C; длина волны $\lambda = 395$ нм; $U = 3.5$ В; $J = 20$ мА; сила света $J = 3000 - 4000$ мкд. Количество светодиодов — 12. Анализ поверхности анишлифа угля выполняется на инструментально-программном комплексе “Минерал С7”*, включающем оптический микроскопом OLYMPUS B^X51 с видеокамерой SIMAGIS 2P-3C, компьютер и цветной принтер (рис. 5).

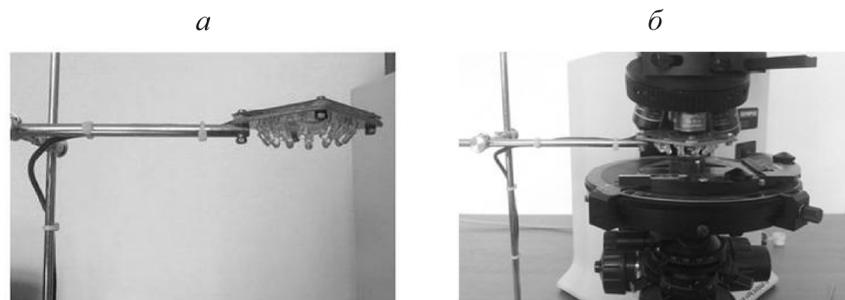


Рис. 4. Устройство для освещения образца ультрафиолетовым светом (а) и его размещение под объективом микроскопа (б)

*Разработка программного обеспечения осуществлена в ООО “СИАМС”, г. Екатеринбург [26].



Рис. 5. Инструментально-программный комплекс “Минерал С7” на базе микроскопа OLYMPUS B^X51 (Госреестр средств измерений РФ № 27438-04. Сертификат Госстандарта RU. С.31.005А № 36493)

Классификация пустот в природных углях по их форме и размерам носит условный характер. Для классификации пористости углей используются геометрические модели по размерам пустот и характеру миграции газов [24, 25]. Согласно этим классификациям, к макропорам относятся пустоты размерами ($10^2 - 10^3$) Å, т. е. область смешанной интенсивной ламинарной и турбулентной фильтрации. Такие размеры пустот доступны для измерений оптическим микроскопом OLYMPUS B^X51 предлагаемым методом.

Алгоритм выполнения количественного анализа. После установки аншлифа под объектив микроскопа, подсветки его ультрафиолетовым светом и соответствующих действий по получению рельефного видеоизображения проводится тестирование образца на однородность характера распределения пустот. Если микроструктура относительно однородна, то анализ достаточно выполнить по одному микроизображению и его результаты будут отражать усредненные значения пористости всего образца. В случае неоднородности получаемый результат будет характеризовать только рассматриваемое микроизображение, поэтому для оценки пористости необходимо либо выполнить анализ по нескольким (выделенным при тестировании) микроизображениям, либо использовать операцию “сшивки” микроизображений.

Микроизображения фиксируются фотокамерой и выводятся на экран монитора для дальнейшего анализа и обработки. При этом все пустоты на люминесцирующем микроизображении имеют зеленоватый цвет (рис. 6а). Оператором определяются компоненты пористости (поры, трещины, каверны) и специальными программами каждый компонент закрашивается своим цветом (рис. 6б). Далее выделенные оператором графические образы обрабатываются с целью их количественной оценки.

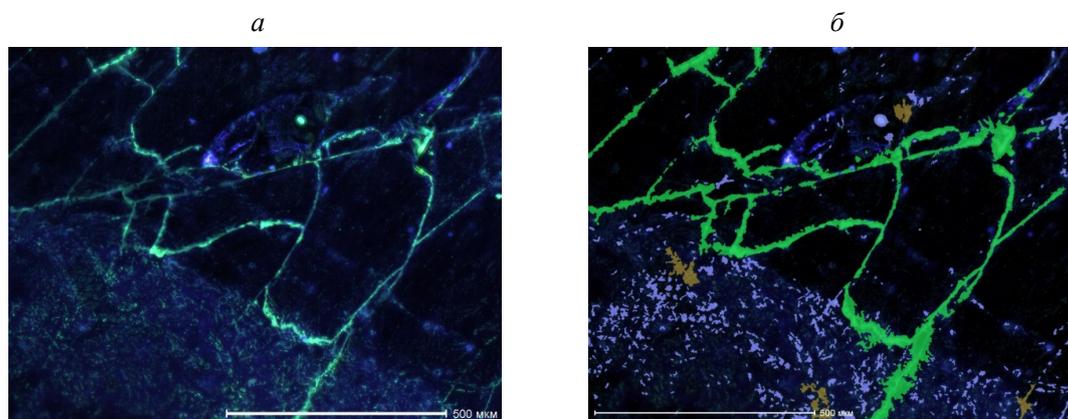


Рис. 6. Микроизображения компонентов пористости: а — на люминесцирующем изображении все компоненты имеют зеленоватый цвет; б — трещины окрашены зеленым, поры — синим, каверны (принято условно) — коричневым цветом

На рис. 7 показано микроизображение, на котором из всех компонентов, определяющих пористость, представлены только поры (фигурки синего цвета). Конфигурации их весьма разнообразны и относятся к типу закрытых. Согласно результатам анализа этого микроизображения (табл. 1), общая пористость анализируемой поверхности составляет 3.5%. Другие компоненты (трещины, каверны) отсутствуют. Распределения пор по размерам ($N, \%$), площадям ($S, \%$) и объемам ($V, \%$) приведены в табл. 2.

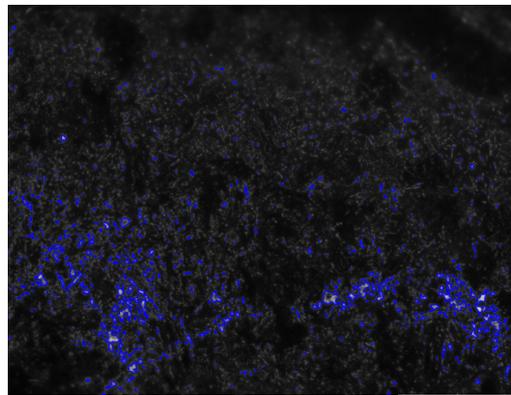


Рис. 7. Поры на микроизображении выделены синим цветом

ТАБЛИЦА 1. Общие результаты анализа данных рис. 7

Проанализированная площадь, мкм ²		970963
Пористость, %		3.5
Число пор		840
Размеры пор, мкм	max	2.8
	min	46.8
	ср.	5.5
Среднеквадратическое отклонение, мкм		4.5
Расстояние между порами, мкм	max	911.4
	min	3.6
	ср.	36.5

ТАБЛИЦА 2. Распределение размеров объектов на рис. 7

$D, \text{мкм}$		$N, \%$	$S, \%$	$V, \%$
от	до			
2.8	5.0	63.2	15.2	3.1
5.0	7.2	17.5	11.9	4.0
7.2	9.4	9.2	11.9	5.4
9.4	11.6	3.6	7.4	4.2
11.6	13.8	2.7	8.6	6.1
13.8	16.0	1.1	4.5	3.7
16.0	18.2	0.6	3.4	3.2
18.2	20.4	0.5	3.5	3.7
20.4	22.6	0.5	4.3	5.1
22.6	24.8	0.1	1.4	2.0
24.8	27.0	0.1	1.5	2.1
27.0	29.2	0.1	0.0	0.0
29.2	31.4	0.2	4.3	7.2
31.4	33.6	0.1	2.5	4.5
33.6	35.8	0.0	0.0	0.0
35.8	38.0	0.2	6.2	12.6
38.0	40.2	0.0	0.0	0.0
40.2	42.4	0.1	4.1	9.6

Выполнение измерений объекта в его границах определяется площадью S , т. е. числом пикселей, с учетом масштаба изображения. Эквивалентный (условный) диаметр D объекта вычисляется в зависимости от его площади: $D = \sqrt{4/\pi \cdot S}$, а эквивалентный объем, представленный этой площадью: $V = \pi/6 \cdot D^3$. Общая пористость рассчитывается из отношения: $P = S_p / S_o \cdot 100$, где S_p , S_o — соответственно площадь, занимаемая пустотами, и микроизображения. Другие показатели находятся по следующим формулам: фактор компактности $F_k = P / (4\pi S)$, где P — периметр контура поры; S — площадь фигуры поры внутри контура; фактор удлинения $F_y = L_{\max} / L_{\min}$, где L_{\max} , L_{\min} — максимальный и минимальный внутренний размер поры; фактор изрезанности $F_i = P / S$. Все эти показатели вычисляются с учетом плотности их распределения и представляются в табличной форме.

Некоторые результаты анализа данных, представленных на рис. 7, приведены для наглядности графически (рис. 8). Общие результаты анализа микроизображения на рис. 6б отражены в табл. 3 и частично на рис. 9.

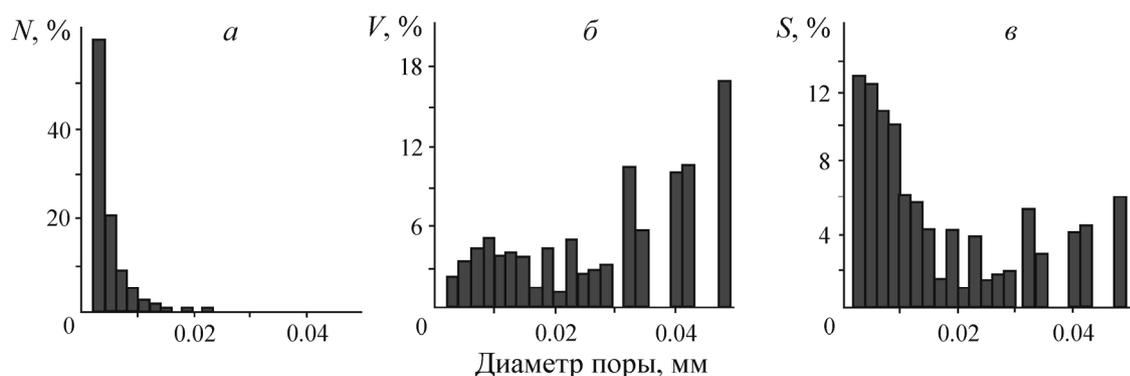


Рис. 8. Характер распределения пор: N — по размерам эквивалентных диаметров; V — по эквивалентному объему; S — по занимаемым площадям

ТАБЛИЦА 3. Результаты анализа данных рис. 6б

Проанализированная площадь, мм ²	0.97
Площадь пустот, мм ²	0.116
Пористость общая, %	11.96
Площадь трещин, %	60.85
Площадь каверн, %	6.13
Площадь пор, %	33.02

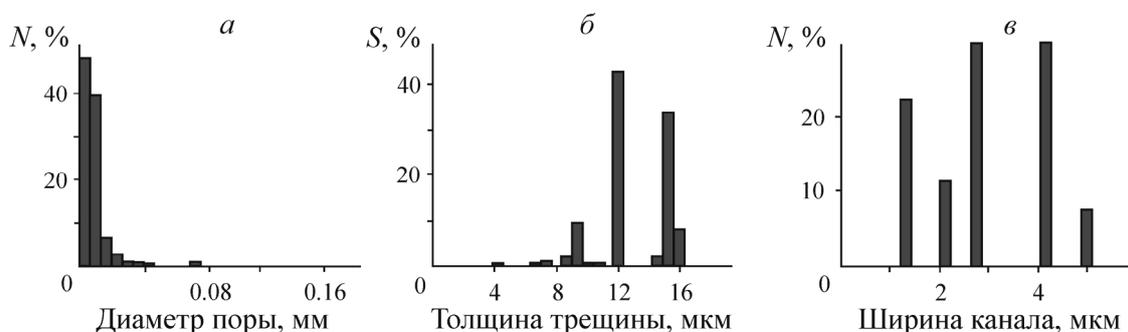


Рис. 9. Характер распределения: a — пор по эквивалентным диаметрам; b — толщины трещин (расстояние между берегами трещины) по площади; c — трещин по ширине канала (в объемном эквивалентном представлении)

В случае неоднородности распределения объектов пористости используется процедура “сшивки” смежных микроизображений удалением перекрывающихся площадей у краев границ. Порядок выполнения операций “сшивки” показан на рис. 10, а образ “сшитого” микроизображения поверхности аншлифа — на рис. 11. Общие результаты анализа этого микроизображения приведены в табл. 4. Полагаем, что содержательный смысл представленных данных, пояснений не требует.

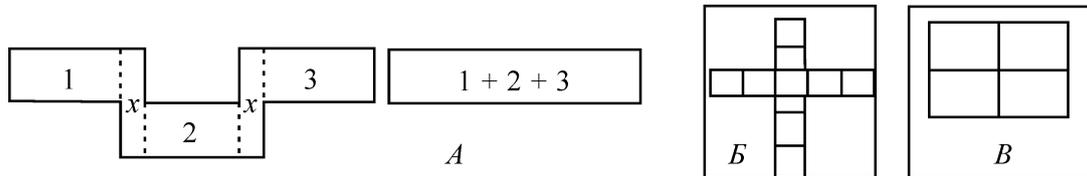


Рис. 10. Принцип “сшивки” микроизображений (А): 1, 2, 3 — смежные микроизображения; x — перекрывающиеся (удаляемые) участки микроизображений; $1 + 2 + 3$ — объединенное (сшитое) микроизображение. “Сшивка” изображений допустима по линиям (Б) или в желаемой области (В)

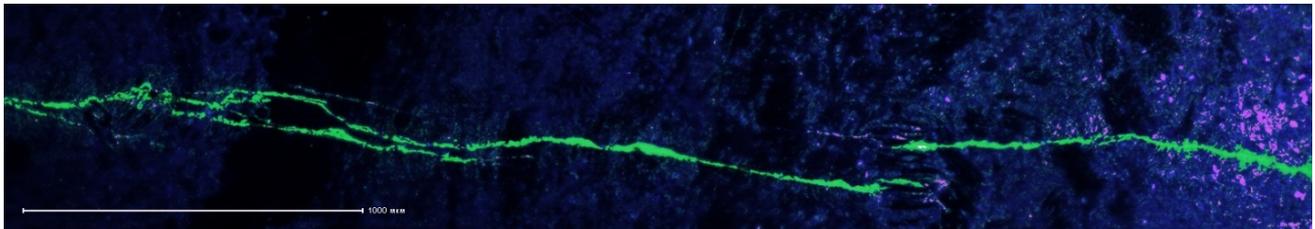


Рис. 11. Линейная “сшивка” микроизображений: зеленым цветом представлены микротрещины; розовым — поры

ТАБЛИЦА 4. Результаты анализа данных рис. 11

Проанализированная площадь, мм ²	2.58			
Количество пор	531			
Пористость общая, %	3.32			
Площадь пор, %	27.98			
Площадь трещин, %	72.02			
Площадь каверн, %	0.0			
Параметры	ср.	max	min	медиана
Диаметр поры, мм	$7.9 \cdot 10^{-3}$	0.12	$3.4 \cdot 10^{-3}$	$4.8 \cdot 10^{-3}$
Площадь поры, мм ²	$1.6 \cdot 10^{-4}$	$1.4 \cdot 10^{-2}$	$1.2 \cdot 10^{-5}$	$2.3 \cdot 10^{-5}$
Объем поры, мм ³	$8.2 \cdot 10^{-6}$	$1.7 \cdot 10^{-3}$	$3.9 \cdot 10^{-8}$	$1.1 \cdot 10^{-7}$
Фактор компактности	0.61	0.79	0.11	0.67
Фактор удлинения	0.68	1.00	0.13	0.75
Фактор изрезанности	1.11	1.24	0.36	1.14

Таким образом, с использованием процедуры “сшивки” решается проблема учета неоднородности распределения компонентов пористости по анализируемой поверхности аншлифа. Для распространения результатов исследования на весь образец аналогичный анализ проводится на противоположной поверхности аншлифа с последующим получением среднего значения.

В данной работе уделено внимание только описанию сущности и алгоритма выполнения метода. Не ставилась цель проведения исследований на коллекции образцов углей разной степени метаморфизма. Сопоставлялись результаты, полученные предлагаемым методом и методом насыщения флюидом (использовался керосин). В связи с тем, что при насыщении образцы часто разрушались по трещинам, набрать представительную статистику не удалось. В целом наблюдалось как допустимое равенство результатов измерений обоими методами, так и их отклонения.

ВЫВОДЫ

Предложен прямой метод исследования распределения компонентов пористости по поверхности аншлифов угля посредством визуализации и количественной оценки размеров пустот, в том числе закрытых пор, что очень важно, так как известными методами оценка их размеров либо невозможна, либо весьма приближительна.

Основу метода составляют физические эффекты: капиллярное насыщение, сорбция и люминесценция люминофора в ультрафиолетовом свете. В совокупности эти эффекты позволяют использовать микроскопический анализ для выполнения количественных планиметрических исследований поверхностей образцов углей, представленных в виде аншлифов.

Достоинство метода заключается в возможности количественной оценки распределения компонентов пористости (закрытых пор, трещин, каверн) по их геометрическим размерам. Визуализация их распределения по поверхности аншлифа способствует изучению характера миграции газа и его содержания в закрытых порах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. <http://www.patents.su>.
2. **ГОСТ 26450**. 1-85. Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостным насыщением.
3. **Гудок Н. С.** Изучение физических свойств пористых сред. — М.: Недра, 1970. — 212 с.
4. **Грег С., Синг К.** Адсорбция, удельная поверхность, пористость. — М.: Мир, 1984. — 306 с.
5. **Иванов М. К., Калмыков Г. А., Белохин В. С., Корост Д. В., Хамидулин Р. А.** Петрографические методы исследования кернового материала. Кн. 2. Лабораторные методы. — М.: МГУ, 2008. — 113 с.
6. **Мордасов Д. М., Булгаков Н. А., Мордасов М. М.** Физические основы пневмодинамического измерения пористости вещества // Вестн. Тамбов. ун-та. — 2009. — Т. 15. — № 3. — С. 661–666.
7. **Radlinsky A. P., Mastalerz M., Hinde A. L., Hainbuchner M. et al.** Application of SAXS and SANS in evaluation of porosity, pore size distribution and surface area of coal, *Int. J. Coal Geology*, 2004, Vol. 59, No. 3, 4. — P. 245–271.
8. **Ходот В. В.** Внезапные выбросы угля и газа. — М.: ГНТИ, 1961. — 363 с.
9. **Вячеславов А. С., Ефремова М. А.** Определение площади поверхности и пористости материалов методом сорбции газов. — М.: МГУ, 2011. — 65 с.
10. **Алексеев А. Д.** Физика угля и горных процессов. — Киев: Наук. думка, 2010. — 425 с.
11. **Айруни А. Т.** Прогнозирование и предотвращение газодинамических явлений в угольных шахтах. — М.: Наука, 1987. — 310 с.
12. **ГОСТ 17070-87.** Межгосударственный стандарт. Угли. Термины и определения.
13. **Эттингер И. Л., Шульман Н. В.** Распределение метана в порах ископаемых углей. — М.: Недра, 1975. — 111 с.

14. **Опарин В. Н., Танайно А. С.** Каноническая шкала иерархических представлений в горном породоведении. — Новосибирск: Наука, 2011. — 259 с.
15. **Oparin V. N., Tanaino A. S.** A New method to test rock abrasiveness based on physico-mechanical and structural properties of rocks, *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*, 2015, Vol. 7, No. 3. — P. 250–255.
16. **Соколов В. Н.** Количественный анализ горных пород по их изображениям в растровом микроскопе // *Соросовский образовательный журнал*. — 1997. — № 8. — С. 72–78.
17. **Lingtao Mao, Peng Shi, Hui Tu, Liqian An, Yang Ju, Nai Hao.** Porosity analysis based on CT images of coal under uniaxial loading, *Advances in Computed Tomography*, 2012, No. 1. — P. 5–10. <http://dx.doi.org/10.4236/act.2012.12002> Published Online September 2012 (<http://www.SciRP.org/journal/act>).
18. **Viljoen J., Campbell Q. P., le Roux M., Hoffman J.** The qualification of coal degradation with the aid of micro-focus computed tomography, *South African Journal of Science*, 111 (9–10): SEP-OCT 2015.
19. **Булат А. Ф., Дырда В. И.** Фракталы в геомеханике. — Киев: Наук. думка, 2005. — 305 с.
20. **Алексеев А. Д., Василенко Т. А., Кириллов А. К.** Фрактальный анализ иерархической структуры поверхности ископаемых углей // *ФТПРПИ*. — 2008. — № 3. — С. 14–24.
21. **ГОСТ 18442. 80.** Контроль неразрушающий. Капиллярные методы. Общие требования.
22. **Багринцева К. И.** Трещиноватость осадочных пород. — М.: Недра, 1982. — 256 с.
23. **ГОСТ 55663-2013 (ИСО 7404-2Ж209).** Методы петрографического анализа углей. Ч. 2: Методы подготовки проб углей.
24. **Мальшев Ю. Н., Трубецкой К. Н., Айруни А. Т.** Фундаментальные прикладные методы решения проблемы метана угольных пластов. — М.: Изд-во АГН, 2000. — 519 с.
25. **Бобин В. А.** Энергетическое состояние природной микропористой системы “уголь–газ” // *ГИАБ*. — 2002. — Т. 6. — С. 40–42.
26. **SIAMS.** Минерал C7™. Руководство пользователя. — Екатеринбург: Ком. Siams, 2012. — 97 с.

Поступила в редакцию 4/III 2016