



**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ,
СОСТОЯНИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГОРНЫХ ПОРОД**

А. Н. Кочанов

*Институт проблем комплексного освоения недр имени академика Н. В. Мельникова РАН,
E-mail: info@ipkonran.ru, Крюковский тупик 4, г. Москва 111020, Россия*

Обсуждены возможности и результаты применения методов рентгеновской компьютерной микротомографии, ультразвуковых измерений, нано-и микроиндентирования, контроля образования субмикронных частиц применительно к изучению процесса динамического разрушения горных пород. Для изучения распределения пор и микротрещин в объеме образцов использован метод рентгеновской компьютерной микротомографии, для контроля состояния образцов до и после динамического воздействия — ультразвуковой метод. Методом микро- и наноиндентирования выполнено определение твердости, модуля Юнга на различных масштабных уровнях, а также вязкости разрушения. Исследованы закономерности образования субмикронных частиц при разрушении образцов углей в условиях динамического воздействия. Показано, что результаты исследований имеют значение для геомеханического обеспечения горных работ, в том числе для изучения таких явлений как горные удары, внезапные выбросы угля и газа.

Методы, разрушение, горные породы, структура, микротрещины, свойства, эксперимент

**EXPERIMENTAL METHODS OF STUDYING THE STRUCTURE, STATE
AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF ROCKS**

A. N. Kochanov

*Institute of Comprehensive Exploitation of Mineral Resources, Russian Academy of Sciences,
E-mail: info@ipkonran.ru, Kryukovskii tupik 4, Moscow 111020, Russia*

The possibilities and results of using the methods of X-ray computer microtomography, ultrasonic measurements, nano-and microindentation, control of submicronic particles formation applicably to studying dynamic rock failure are discussed. The X-ray computer microtomography was used for studying pore and microcrack distribution in the sample volume. The ultrasonic method was applied to control the condition of samples before and after dynamic effect. The method of micro-and nanoindentation helped to determine hardness, Young's modulus at various scale levels, and failure viscosity. The patterns of submicronic particle formation during the coal samples failure under dynamic effect are investigated. It is shown that investigation results are important for geomechanical support of mining operations, including studying such phenomena as rock bursts, sudden coal and gas outbursts.

Methods, failure, rocks, structure, microcracks, properties, experiment

Изучение природы разрушения горных пород, является одной из приоритетных проблем механики и физики горных пород, решение которой необходимо для безопасного и эффективного освоения недр, в том числе для возможного предупреждения катастрофических событий в виде горных ударов, внезапных выбросов угля и газа и других опасных динамических явлений. При кажущейся простоте разрушения его механизм весьма сложен и охватывает огромную область на шкале размеров, начиная от атомного масштаба, а завершается визуальными про-

явлениями. В рамках современных представлений разрушение материалов является неравновесным пространственно-временным процессом накопления повреждаемости, обусловленным образованием и развитием разномасштабных по размерам пор и трещин. Его природа заключается в микроскопической неоднородности материалов и их структурных особенностях. Закономерности протекания процесса разрушения горных пород во многом определяются их структурой, которая характеризуется формой и размером зерен, пористостью, наличием микродефектов и наряду с химическим составом определяет их физические свойства, в том числе и прочностные. Горные породы в абсолютном большинстве представляют собой поликристаллические или гетерогенные природные минеральные системы, состоящие из совокупности зерен различных минералов, имеющих, как правило, различные упругие и прочностные характеристики.

В данной работе обобщены результаты исследований структуры, состояния, а также физико-механических характеристик образцов горных пород с применением рентгеновской компьютерной микротомографии, ультразвукового прозвучивания, нано- и микроиндентирования, контроля эмиссии субмикронных частиц с помощью лазерных счетчиков.

Важным элементом структуры материала являются микротрещины, которые могут изначально присутствовать в горной породе с момента ее образования, и в зависимости от типа горной породы имеют свой характерный размер. Существующие или возникающие на ранних этапах деформирования горных пород дефекты в виде микротрещин приводят к инициированию и определяют дальнейшее развитие процесса разрушения. Изучению условий формирования и параметрам микротрещин в горных породах уделялось достаточно много внимания, из анализа данных исследований следует, что обычно длина микротрещин составляет до 100 мкм (в некоторых работах до 1 мм), а коэффициент облика микротрещины как отношение ширины к длине достигает менее 10^{-2} . Для изучения образования микротрещин в горных породах ранее выполнены экспериментальные исследования, в ходе проведения которых осуществлялось динамическое воздействие на образцы. Анализ изображений образцов, полученных с помощью электронной микроскопии, после динамического воздействия, позволил оценить минимальную и максимальную величину раскрытия микротрещин в диапазоне от 0.1 до 10.0 мкм [1–2]. В данном случае речь идет об исследовании поверхности образцов.

Для оценки объемного распределения микротрещин в образце выполнены исследования с применением метода рентгеновской компьютерной микротомографии, который успешно применяется в настоящее время для получения трехмерных изображений внутренней структуры материалов с субмикронным и нанометровым разрешением. Рентгеновская микротомография — неразрушающий метод изучения внутреннего строения твердых тел, основанный на реконструкции пространственного распределения величины линейного ослабления рентгеновского излучения путем компьютерной обработки теневых проекций, получаемых при просвечивании рентгеновским лучом объема материала, содержащего различные по плотности и химическому составу компоненты. Этот метод позволяет сканировать образец по всему объему в разных направлениях и визуализировать его внутреннюю трехмерную структуру. Данный метод, в частности, активно используется в нефтяной геологии для уточнения структурных особенностей и физических свойств горных пород. Известны также результаты исследований структуры горных пород и ее эволюции за счет развития микродефектов применительно к изучению процессов деформирования и разрушения в условиях квазистатического нагружения с помощью данного метода [3–4]. С помощью компьютерной рентгеновской микротомографии выполнены исследования структурных характеристик гранита, который предварительно подвергался динамическому воздействию с образованием системы микротрещин. Для проведения исследования внутренней структуры из блока гранита были нарезаны пластины, из которых затем были изготовлены образцы размерами 2×1×1 мм. Исследование структуры образцов

методом рентгеновской микротомографии проводилось на томографе SkyScan 1272. В результате сканирования было установлено наличие микропор диаметром от 1 до 5 мкм и микротрещин с шириной от 5 до 10 мкм [5]. Вид микротрещин в граните в сечении примерно половины высоты образца представлен на рис. 1а, а на рис. 1б показано распределение пор в локальном объеме гранита.

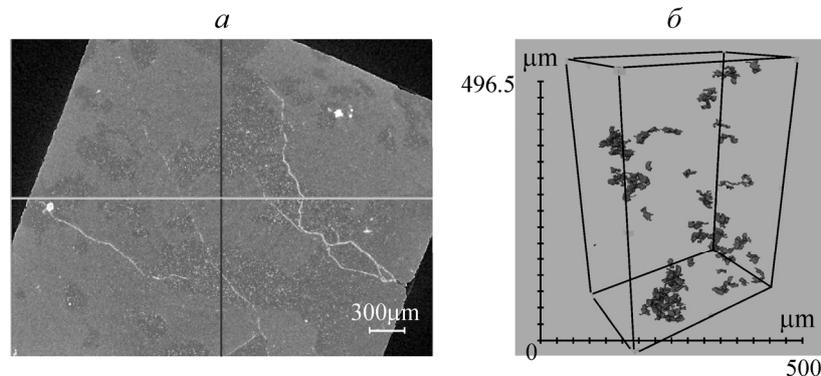


Рис. 1. Вид микротрещин (а) в граните после динамического воздействия и распределение пор (б) по данным рентгеновской компьютерной микротомографии

Для оценки структурной неоднородности образцов, связанной с наличием микродефектов и локальными внутренними напряжениями, а также для изучения эволюции микродефектов в результате динамического воздействия использовался ультразвуковой метод контроля, основанный на изучении распространения высокочастотных волн в материалах. Этот метод неразрушающего контроля широко применяется для решения подобных задач, методика проведения исследований проста и хорошо отработана. Специфика распространения упругих волн в неоднородных средах заключается в том, что изменение кинематических и динамических характеристик волн связано не только с геометрией фронта и поглощением, но и с процессами рассеяния волн неоднородностями.

Контроль состояния образцов горных пород осуществлялся по методике прозвучивания, когда датчики располагались на противоположных гранях образцов. Для оценки скорости продольных волн использовалась серийно выпускаемая аппаратура УК-14П и комплект малогабаритных датчиков с собственной резонансной частотой 100 кГц. В ряде случаев состояние образцов контролировалось на протяжении 10–12 месяцев. При проведении экспериментов использовались образцы горных пород с характерными размерами 50(25)×25(20)×15(12.5) см. Динамическое воздействие моделировалось действием заряда взрывчатого вещества, который, как правило, располагался в центре образца в специальном отверстии диаметром 4.2 мм. Его масса подбиралась с таким расчетом, чтобы исключить разрушение образцов на отдельные фрагменты. Основные результаты исследований отражены в публикациях [6, 7], где установлены изменения скорости продольной волны с расстоянием от заряда за счет развития микротрещин. Определена также корреляционная зависимость между прочностью и скоростью продольных волн в виде: $\sigma = BC_p^\alpha$. Для исходных образцов песчаника наблюдается слабая корреляция между прочностью и скоростью ($\alpha = 1.2$), для образцов после взрывного воздействия $\alpha = 4.2$, а коэффициент корреляции составляет 0.7. При ультразвуковом контроле исходных образцов можно отметить, что большинство из них характеризовались акустической анизотропией, имели различные значения скорости продольных волн, в том числе в образце при измерении в отдельных точках. Каждому типу породы определенного минерального состава соответствует определенный диапазон изменения свойств, определяемый его структурными особенностями: наличием микродефектов, локальными остаточными напряжениями и состоянием межзеренных границ. Показатель структурной неоднородности образцов оценивался как квадрат

отношения измеренной скорости C_p в данной области образца к максимальной скорости $C_{p_{\max}}$ для данного типа горной породы: $A = (C_p / C_{p_{\max}})^2$. Значения этого показателя в локальных объемах образца горной породы, например, песчаника, изменялись в диапазоне $A = 0.2 - 1.0$. По результатам ультразвукового прозвучивания образцов песчаника в рамках методики работы [6] получены распределения скоростей до и после взрывного воздействия. В образцах наблюдалось снижение скорости продольных волн в зависимости от расстояния от центра взрывного воздействия. Размер области, экспериментально определяемый по изменению скорости продольных волн, зависит от параметра A (рис. 2). При $A = 1.0$ изменение скорости после динамического воздействия не установлено.

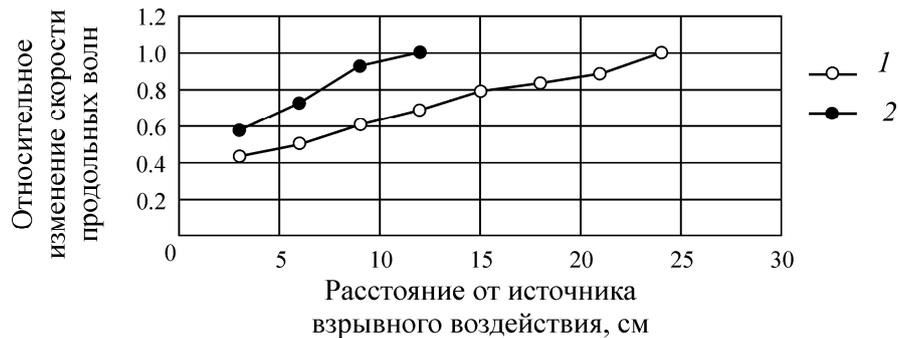


Рис. 2. Зависимость относительного изменения скорости продольных волн с расстоянием от источника взрывного воздействия: 1 — $A = 0.53$; 2 — $A = 0.75$

Для оценки упругих и прочностных свойств горных пород и минералов (модуля Юнга, твердости, вязкости разрушения) проведены экспериментальные исследования с применением методов нано- и микроиндентирования, их основные результаты опубликованы в работах [8–10]. В настоящее время метод внедрения штампа в поверхность материалов превратился в инструмент, позволяющий изучать закономерности их деформационного поведения на разных масштабных уровнях, в том числе на микро- и наноуровнях, варьируя нагрузку, глубину и время нагружения. Микро- и наноиндентирование позволяет проводить изучение многофазных материалов со сложной структурой, к которым относятся большинство горных пород, что значительно расширяет информацию о их структуре и свойствах, количественно оценивать показатели свойств отдельных фаз (минералов), исследовать приграничные области контактов зерен различных минералов. Степень неоднородности поверхности образцов возможно определять по распределению значений физико-механических свойств при различной глубине внедрения индентора и оценивать коэффициентом вариации $K_{\text{вар}}$.

Для оценки вязкости разрушения различных минеральных компонентов и их межзеренных границ использовался динамический наноиндентометр ПМТ-НИ (разработка НОЦ “Нанотехнологии и наноматериалы” ТГУ им. Г. Р. Державина). При проведении испытаний применялся трехгранный алмазный индентор Берковича. Прикладываемая нагрузка P варьировал в диапазоне от 1 мкН до 500 МН. Длина трещин в углах отпечатка измерялась с помощью оптического микроскопа Axio Observer, Carl Zeiss (Германия). Можно отметить довольно низкую вязкость разрушения как отдельных кварцевых зерен $K_c = 0.5 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, так и границ срастания зерен кварц-магнетит и кварц-гематит соответственно 0.68 и 0.38 $\text{МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ [8]. Выполнено также определение вязкости разрушения для различных пород: песчаника, мрамора, змеевика (рис. 3). Следует отметить, что, зная характеристики K_{Ic} и σ_c , можно получить константу материала с размерностью длины $d = \text{const } K_{Ic}^2 / \sigma_c^2$, отражающим структурно-временной подход к процессу разрушения, согласно которому этот процесс на конкретном масштабном уровне происходит дискретно, по элементарным ячейкам с размерами сторон, кратными d [11].



Рис. 3. Значения вязкости разрушения K_c для образцов различных горных пород

Развитие трещин с последующей дезинтеграцией материала, как правило, всегда сопровождается образованием отдельных частиц, количество и распределение которых по размерам зависят от микроструктуры, степени неоднородности, напряженно-деформированного состояния твердых тел, и поэтому содержит важную информацию об условиях и характере протекания этого процесса. Для изучения закономерностей образования субмикронных частиц размером менее 10 мкм в условиях динамического и квазистатического разрушения образцов горных пород разработаны экспериментальные методики, в основе которых положена идентификация частиц с помощью лазерной спектроскопии в воздушной среде. Описание и отдельные результаты методик представлены в работах [12–15]. В качестве примера рассмотрим результаты исследований с помощью лазерной спектроскопии по оценке распределения субмикронных частиц образцов углей, которые были подвергнуты мощному динамическому воздействию по схеме работы [15]. Первая группа образцов представлена антрацитом (шахта 50 лет Октябрьской революции, лава 417, пл. К₂, марка А, глубина разработки 1050 м). Внезапные выбросы угля и газа на этой шахте не наблюдались. Вторая группа образцов угля отобрана на шахте им. Калинина, газоносность пласта 25 м³/т, пласт особо опасный по внезапным выбросам. В результате измерений получено распределение частиц в диапазоне от 0.3 до 10 мкм по их числу (рис. 4). Анализируя это распределение, можно отметить, что образцы угля из выбросоопасного пласта отличаются повышенным содержанием субмикронных частиц размером порядка 0.3 мкм, которое составляет почти 80%. Результаты настоящих экспериментов представляют интерес для выяснения механизма внезапных выбросов угля и газа.

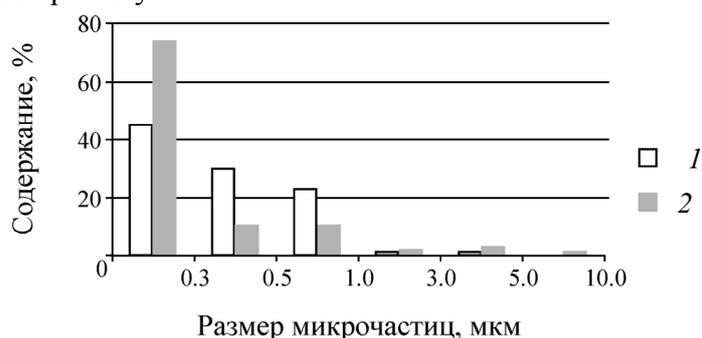


Рис. 4. Распределение количества микрочастиц по размерам после динамического испытания углей: антрацит (1); уголь из выбросоопасного пласта (2)

ВЫВОДЫ

Применение метода рентгеновской компьютерной микротомографии позволило установить распределение пор и микротрещин в объеме гранита после динамического воздействия, исследовать их структуру и определить геометрические параметры. Важной характеристикой микротрещин является величина их раскрытия, которая составляла 5–10 мкм.

С помощью ультразвукового метода контроля образцов выполнена оценка исходного напряженно-деформированного состояния горных пород, выявлены их структурные неоднородности, которые проявляются в распределении значений скорости продольных волн в локальных точках измерений. В результате динамического воздействия на образцы горных пород наблюдается изменение микроструктуры за счет развития микротрещин, которое оценивается по изменению скорости продольных волн и зависит от расстояния до источника воздействия и первичного состояния образцов.

В ходе проведенных исследований методом микро- и наноиндентирования определены прочностные и деформационные характеристики горных пород и их минеральных компонентов при различной глубине внедрения индентора. Показана перспективность использования метода микро- и наноиндентирования для оценки прочностных и деформационных характеристик горных пород, степени их неоднородности.

Разработаны методики по изучению образования субмикронных частиц в процессе деформирования и разрушения горных пород с помощью лазерной спектроскопии. Установлено, что образования субмикронных частиц, их число и распределение по размерам зависит от структурных и физических параметров и может отличаться, например, для разных типов углей.

5. Результаты, полученные с помощью рассмотренных экспериментальных методов, развивают положения о горных породах как структурно-неоднородной среде применительно к процессу динамического разрушения, что имеет принципиальное значение для геомеханического обеспечения горных работ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. **Viktorov S. D. and Kochanov A. N.** Formation of microcracks upon the dynamic fracturing of rocks, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2015, vol. 79, no. 6, pp. 743–745. [**Викторов С. Д., Кочанов А. Н.** Развитие микротрещин при динамическом разрушении горных пород // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2015. — Т. 79. — № 6. — С. 829–831.]
2. **Kochanov A. N.** Analysis of micro and macrocracks structure at dynamic rock failure, *Fundamental and Applied Mining Science*, 2015, vol. 2, pp. 317–321. (in Russian) [**Кочанов А.Н.** Анализ структуры микро- макротрещин при динамическом разрушении горных пород // Фундаментальные и прикладные вопросы горных наук. — 2015. — № 2. — С. 317–321.]
3. **Vaisberg L. A. and Kameneva E. E.** Possibilities of the method of computer X-ray microtomography in the study of physical and mechanical properties of rocks, *Mining Journal*, 2014, no. 9, pp. 85–89. (in Russian) [**Вайсберг Л. А., Каменева Е. Е.** Возможности метода компьютерной рентгеновской микротомографии при исследовании физико-механических свойств горных пород // Горн. журнал — 2014. — № 9. — С. 85–89.]
4. **Damaskinskaya E. E., Panteleev I. A., Gafurova D. R., and Frolov D. I.** Structure of a deformed Inhomogeneous material on the data of acoustic emission and X-Ray computer microtomography, *Physics of the Solid State*, 2018, vol. 60, no. 7, pp. 1363–1367. [**Дамаскинская Е. Е., Пантелеев И. А., Гафурова Д. Р., Фролов Д. И.** Структура деформируемого гетерогенного материала по данным акустической эмиссии и рентгеновской микротомографии // ФТТ. — 2018. — Т. 60 — № 7 — С. 1353–1357.]
5. **Viktorov S. D., Kochanov A. N., and Pachezhertsev A. A.** Experimental study of the microstructural characteristics of the surfaces and volumes of granite samples, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2018, vol. 82, no. 7, pp. 786–788. [**Викторов С. Д., Кочанов А. Н., Пачежерцев А. А.** Изучение микроструктурных характеристик на поверхности и в объеме гранита экспериментальными методами // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2018. — Т. 82. — № 7. — С. 878–880.]
6. **Aleksandrov V. E., Kochanov A. N., and Levin B. V.** Interrelationships of the strength and acoustic properties of rocks in the zone of the prefracturing action of an explosion, *Journal of Mining Science*, 1987,

vol. 23, no. 4, pp. 319–321. [Александров В. Е., Кочанов А. Н., Левин Б. В. О взаимосвязи акустических и прочностных свойств пород в зоне предразрушающего действия взрыва // ФТПРПИ. — 1987. — № 4. — С. 45–48.]

7. **Viktorov S. D. and Kochanov A. N.** Investigation into the processes of rock sample unloading after blast loading, *Journal of Mining Science*, 2004, vol. 40, no. 4, pp.160–168. [Викторов С. Д., Кочанов А. Н. Изучение процессов свободной разгрузки образцов горных пород после взрывного нагружения // ФТПРПИ. — 2004. — № 2. — С. 52–57.]
8. **Viktorov S. D., Kochanov A. N., Golovin Yu. I., Tyurin A. I., Shuklinov A. V., Shuvarin I. A., and Pirozhkova T. S.** Micro-and nanoindentation approach to strength and deformation characteristics of minerals, *Journal of Mining Science*, 2014, vol. 50, no. 4, pp. 652–659. [Викторов С. Д., Головин Ю. И., Кочанов А. Н., Тюрин А. И., Шуклинов А. В., Шуварин И. А., Пирожкова Т. С. Оценка прочностных и деформационных характеристик минеральных компонентов горных пород методом микро- и наноиндентирования // ФТПРПИ. — 2014. — № 4. — С. 46–54.]
9. **Golovin Yu. I., Tyurin A. I., Viktorov S. D., Kochanov A. N., Samodurov A. A., and Pirozhkova T. S.** Physicomechanical Properties and micromechanisms of local deformation in thin near-surface layers of complex multiphase, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2017, vol. 81, no. 3, pp. 360–364. [Головин Ю. И., Тюрин А. И., Викторов С. Д., Кочанов А. Н., Самодуров А. А., Пирожкова Т. С. Физико-механические свойства и микромеханизмы локального деформирования тонких приповерхностных слоев сложных многофазных материалов // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2017. — Т. 81. — № 3. — С. 390–394.]
10. **Golovin Yu. I., Tyurin A. I., Viktorov S. D., Kochanov A. N., and Pirozhkova T. S.** Size effects and charting the physical and mechanical properties of individual phases and interphases in polycrystalline materials, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2018, vol. 82, no. 7, pp. 856–859. [Головин Ю. И., Тюрин А. И., Викторов С. Д., Кочанов А. Н., Пирожкова Т. С. Размерные эффекты и картирование физико-механических свойств отдельных фаз и межфазных границ поликристаллических материалов // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2018. — Т. 82. — № 7. — С. 107–111.]
11. **Morozov N. F. and Petrov Yu. V.** Problems of fracture dynamics of solids, Leningrad, SPbGU, 1997. (in Russian) [Морозов Н. Ф., Петров Ю. В. Проблемы динамики разрушения твердых тел. — Л.: СПбГУ, 1997. — 129 с.]
12. **Aleksandrov P. A, Viktorov S. D., Kalechits V. I., and Kochanov A. N.** Results from experimental studies of the formation of submicron particles during the destruction of solid bodies, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2016, vol. 80, no. 11, pp. 1329–1331. [Александров П. А., Викторов С. Д., Калечиц В. И., Кочанов А. Н. Результаты экспериментальных исследований образования субмикронных частиц при разрушении твердых тел // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2016. — Т. 80. — № 11. — С. 1496–1499.]
13. **Viktorov S. D. and Kochanov A. N.** Experimental regularities in formation of submicron particles under rock failure, *Journal of Mining Science*, 2016, vol.52, no. 5, pp. 899–905. [Викторов С. Д., Кочанов А. Н. Экспериментальное изучение закономерностей образования субмикронных частиц при разрушении горных пород // ФТПРПИ. — 2016. — № 5. — С. 76–83.]
14. **Viktorov S. D., Kochanov A. N., Odintsev V. N., and Osokin A. A** Emission of submicron particles in rocks under deformation, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2012, vol. 76, no. 3, pp. 339–341. [Викторов С. Д., Кочанов А. Н., Одинцев В. Н., Осокин А. А. Эмиссия субмикронных частиц при деформировании горных пород // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2012. — Т. 76. — № 3. — С. 388–390.]
15. **Viktorov S. D. and Kochanov A. N.** Disintegration of rock samples at high pulse pressures, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2013, vol. 77, no. 3, pp. 298–300. [Викторов С. Д., Кочанов А. Н. Дезинтеграция образцов горных пород в условиях высокого импульсного давления // Изв. РАН. Сер. Физика. — 2013. — Т. 77. — № 3. — С. 332–334.]