

УДК 624.138.4

**ИЗМЕНЕНИЕ ПРОНИЦАЕМОСТИ РЫХЛОЙ ПОРОДЫ
ПРИ НЕПОЛНОМ НАСЫЩЕНИИ ВЫСОКОЭЛАСТИЧНОЙ ПОЛИМЕРНОЙ СМОЛОЙ**

**Т. В. Шилова¹, И. М. Сердюк^{1, 2}, С. В. Сердюков¹,
О. А. Иванова², А. С. Сердюков¹**

¹Институт горного дела им. Н. А. Чинакала СО РАН,

E-mail: shilovatanya@yandex.ru, Красный проспект, 54, 630091, г. Новосибирск, Россия

²Новосибирский государственный университет,

E-mail: ken04588@gmail.com, ул. Пирогова, 1, 630090, г. Новосибирск, Россия

Представлены результаты лабораторных исследований проницаемости и структуры рыхлой породы, укрепленной двухкомпонентной высокоэластичной полиуретановой смолой, в зависимости от способа пропитки и удельного расхода полимера. Испытаны два способа пропитки образцов реагентами: одnorастворный — готовой смесью двух компонент смолы, и двухрастворный — последовательно отдельными компонентами со смешиванием в объеме породы. Показано, что снижение объемной доли смолы с 20–40 до 5–10 об. % приводит к образованию большого количества межзеренных пустот, сквозных фильтрационных поровых каналов и повышению коэффициента проницаемости породы на два-три порядка. Однорастворная пропитка готовым полимерным составом обеспечивает более низкую проницаемость образцов.

Проницаемость, двухкомпонентная высокоэластичная смола, рыхлая порода, структура, одnorастворная и двухрастворная пропитка, электронная сканирующая микроскопия, фильтрационный тест

DOI: 10.15372/FTPRPI20240103

EDN: IJESYJ

Для укрепления грунтового массива и предотвращения в нем фильтрации флюидов широкое распространение получили физико-химические методы инъекционного пропитывания смолами и силикатами, смешивания вяжущих материалов с грунтом, тампонирующими полимерами, цементами и др. [1–5]. Выбор состава и способа подачи смолы в грунт зависит от типа породы, неоднородности массива, гидрологических условий, свойств реагентов [4, 6–9]. Используются одно- и двухкомпонентные составы. Последние имеют ряд технологических преимуществ. Они обладают более широкими возможностями по адаптации параметров смеси к решаемой производственной задаче. Стандартным способом ввода двухкомпонентных составов, например полимерных смол, является предварительное смешивание реагентов с последующим нагнетанием в породу готовой композиции. При этом химическая реакция начинается сразу после смешивания,

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Правительства Новосибирской области в рамках научного проекта № 22-27-20126.

т. е. до поступления состава в нагнетательную скважину, с постепенным возрастанием его вязкости. Это уменьшает глубину пропитки и охват породы воздействием, усложняет очистку инъекционного оборудования по окончании работ. Для преодоления указанных недостатков предложен способ последовательной закачки компонент в породный массив [3, 10].

Выбор метода физико-химического укрепления осуществляют на основе лабораторных исследований свойств армированной породы, результаты которых используют для прогнозирования эффективности работ, разработки рекомендаций по практическому применению с учетом различных факторов [11–14].

Рыхлые породы, консолидированные полимерными смолами, проявляют свойства композитных материалов, что отличает их от дисперсных и скальных грунтов в исходном необработанном состоянии. Чтобы прогнозировать влияние вяжущих материалов на изменение свойств пород, необходимо исследовать пространственное распределение минеральных зерен и отвержденного полимера, степень заполнения им порового пространства, фильтрационные характеристики консолидированного грунта [15–17]. Анализ известных лабораторных методов физико-химического укрепления грунтов показал недостаточную изученность влияния удельного расхода полимерных составов и способа их внедрения в рыхлые породы на приобретенную проницаемость и механические свойства. При этом не исследована связь между параметрами распределения полимера в объеме породы и ее фильтрационными характеристиками.

В настоящей работе приведены результаты экспериментальных исследований проницаемости и структуры укрепленной рыхлой породы в зависимости от способа ее пропитки и удельного объемного расхода двухкомпонентной высокоэластичной полиуретановой смолы.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В экспериментах использовали двухкомпонентную, высокоэластичную инъекционную смолу на основе полиуретанов, предназначенную для консолидации и гидроизоляции рыхлых грунтов, создания в них противотрещинных завес, заделки трещин вблизи подземных сооружений. Компонента *А* — это смесь касторового масла (40–41 об. %), феноксипропанола (20 об. %) и полипропиленгликоля низкого молекулярного веса (40–41 об. %). Компонента *Б* — смесь метилendifенилдиизоцианата (66–67 об. %), полипропиленгликоля (10 об. %), пропиленкарбоната (21–23 об. %). Смола образуется при смешивании композиций *А* и *Б* в объемном отношении 1:1. Относительно низкая вязкость смолы (~80 мПа·с) в первые минуты после смешивания компонент позволяет ей проникать в мелкопористые грунты и тонкие трещины. Время отверждения составляет около трех часов при температуре 23 °С. При этом происходит значительное увеличение объема смолы за счет выделения углекислого газа, являющегося продуктом взаимодействия изоцианата и пластовых вод. В отвержденном виде смола представляет собой упругий (при малых деформациях — линейно упругий), непроницаемый материал. Ниже приведены технические характеристики состава:

Объемное соотношение компонент <i>А</i> и <i>Б</i>	1 : 1
Плотность при 23 °С (компоненты <i>А/Б</i>), г/см ³	1.01/ 1.21
Вязкость при 23°С (компоненты <i>А/Б/смесь</i>), мПа·с	115/ 40/ 80
Время отверждения, ч	~ 3
Поверхностное натяжение при 23 °С, мН/м	35.7

В качестве консолидируемой породы в экспериментах использовали песок, предварительно определив его гранулометрический состав, плотность минеральных частиц и насыпную плотность в сухом состоянии. Более 90 % массы состава занимает песчаная фракция с размером ча-

стиц менее 0.6 мм. Средний размер минеральных зерен составляет 0.2 мм. Плотность частиц и сухого грунта в среднем равны соответственно 2.64 и 1.6 г/см³, расчетное значение объемной доли пор — 0.65.

Порядок проведения экспериментов включал: подготовку образцов консолидированной породы; анализ ее микроструктуры и пористости методами электронной сканирующей микроскопии; определение проницаемости.

В экспериментах использовали два различных способа пропитки образцов реагентами: однорастворный (готовой смесью компонент *A* и *B*) и двухрастворный (последовательно отдельными компонентами). В первом способе приготовленную смесь компонентов *A* и *B* полимерной смолы добавляли в песок и перемешивали до образования однородной массы. При втором способе пропитки образцов песком сначала смешивали компоненту *A* до получения однородного состава, а затем добавляли компоненту *B* и снова тщательно перемешивали. Образцы формировали при удельных расходах смолы на единицу объема рыхлой породы 40, 20, 15, 10 и 5 об. %. Полученную смесь реагентов с песком оставляли до полного отверждения. Затем из консолидированного песка выбуривали цилиндрические образцы для проведения фильтрационных тестов, исследования структуры методом электронной микроскопии (SEM). По полученным SEM-изображениям идентифицировали минеральные зерна, агрегаты отвержденного полимера, оценивали содержание полимера, определяли неоднородности и пустоты в структуре укрепленной породы, количественные характеристики остаточной пористости на автоматизированном анализаторе фрагментов микроструктуры твердых тел “Минерал С7” компании SIAMS.

Проницаемость песка, пропитанного полиуретановой смолой, определяли по результатам фильтрационных тестов. Эксперименты проводили на цилиндрических образцах высотой 35–60 мм, диаметром 30–36 мм. Проницаемость исследовали на лабораторной установке, предназначенной для изучения фильтрации газа в породах при линейном стационарном характере течения [18]. В качестве рабочего агента использовали азот, химически инертный к веществу минеральных зерен и отвержденному полимеру. Коэффициенты проницаемости k образцов консолидированного песка с различными удельным расходом и способом пропитки полиуретановой смолой определяли в условиях всестороннего равномерного сжатия $\sigma = 4–8$ бар. Значение k рассчитывали в единицах проницаемости 1 мД = 10^{–3} мкм² по формуле [19]:

$$k = \frac{2 \cdot 10^4 V \mu_a P_3}{t S} L \frac{1}{P_1^2 - P_3^2},$$

где $P_1 = P_3 + \Delta P$ — давление на входе испытательной камеры, бар (10^{–1} МПа); P_3 — давление на выходе испытательной камеры, бар; V — объем газа при давлении P_3 , прошедший через образец, см³; μ_a — вязкость азота, сП (мПа·с); S — площадь сечения образца, см²; L — длина образца, см; t — время фильтрации через него газа, с.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Особенности распределения отвержденного полимера в поровом пространстве песка, пропитанного двухкомпонентной полиуретановой смолой, исследованы методами электронно-сканирующей микроскопии. При удельном расходе смолы на единицу объема рыхлой породы 20–40 об. % отвержденный полимер заполняет большую часть порового пространства. Оставшееся незаполненным поровое пространство связано в основном с замкнутыми порами в массе отвержденного полимера (рис. 1а, б). Уменьшение удельного расхода смолы на единицу объе-

ма рыхлой породы до 5–10 об. % приводит к изменению ее распределения в структуре консолидированной породы (рис. 1в, г). Отвержденный полимер локализуется на поверхности минеральных зерен в виде пленочных агрегатов, обеспечивая их сцепление. Формируется большое количество межзеренных пустот, линейные размеры которых составляют в среднем 15.5 мкм (рис. 1в, г). В консолидированной породе подобной структуры могут образовываться сквозные каналы, способствующие фильтрации флюидов. Исследования показали, что для образцов консолидированного песка, полученных как при однорастворном, так и при двухрастворном способах пропитки полиуретановой смолой, пространственное распределение минеральных зерен и агрегатов отвержденного полимера схожи между собой.

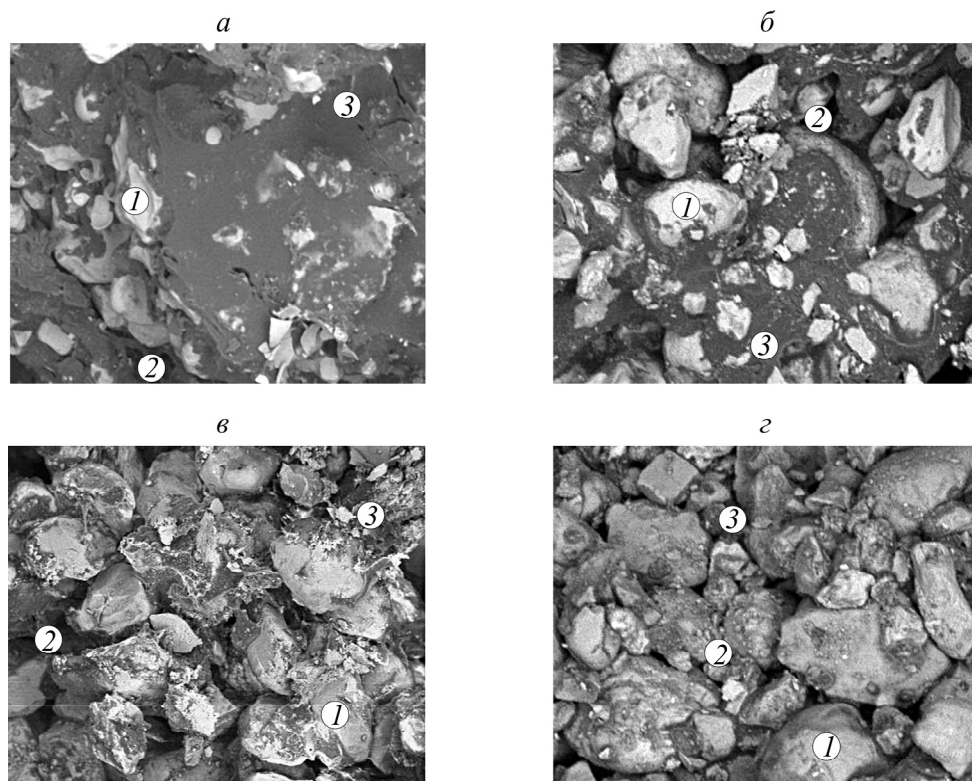


Рис. 1. SEM-изображения фрагментов консолидированного песка с разным объемным содержанием смолы: а — 40; б — 20; в — 10; г — 5 об. %; 1 — минеральные зерна; 2 — пустоты; 3 — отвержденная полимерная смола

Выявленные особенности распределения отвержденного полимера в структуре консолидированного песка влияют на приобретенные им фильтрационные свойства. По результатам проведенных экспериментов определены коэффициенты проницаемости образцов, сформированных при различных удельных расходах и способах пропитки полиуретановой высокоэластичной смолой. С применением однорастворной пропитки и содержании смолы 40 об. % значение коэффициента проницаемости лежит в диапазоне 0.4–4.0 мД. Уменьшение содержания смолы в 2 раза (до 20 об. %) приводит к увеличению проницаемости консолидированного песка в 5.5–8.2 раза при давлении всестороннего сжатия образцов $\sigma=4-6$ бар. Такие значения соответствуют слабопроницаемым породам. Дальнейшее снижение содержания смолы до 10 об. % приводит к увеличению проницаемости консолидированного песка еще на один-два порядка — до 420–690 мД. Близкие значения k получены и для образцов, в которых объемная доля полимерного состава равна 5 об. % (рис. 2). Повышение давления всестороннего сжатия с 4 до 8 бар практически не влияет на проницаемость консолидированной породы. Исключением являются образцы, сформиро-

ванные при большом объемном содержании смолы, — около 40 об. %. В процессе деформации даже при небольшом сжатии в них возникают дефекты структуры, влияющие на проницаемость. Полученные значения проницаемости характеризуют течение флюида через существующие сквозные каналы в структуре пропитанной породы, в том числе через системы трещин, сообщающиеся поры [20].

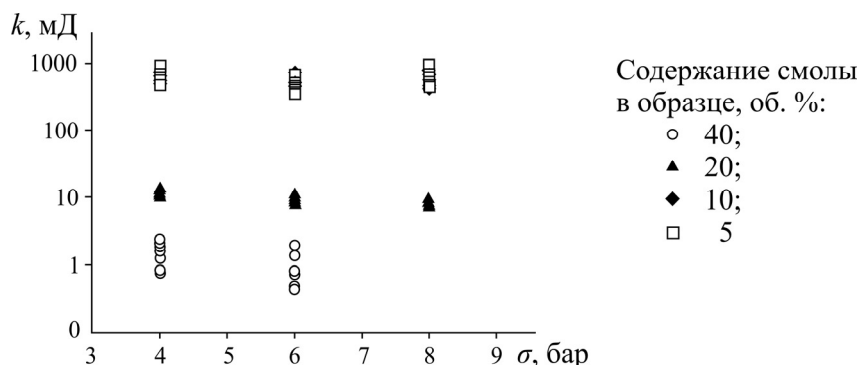


Рис. 2. Зависимость коэффициента проницаемости песка, консолидированного двухкомпонентной высокоэластичной полиуретановой смолой, от давления всестороннего сжатия образца

По результатам обработки SEM-изображений фрагментов консолидированной породы получены количественные оценки средних размеров поровых каналов образцов, сформированных при различных объемных содержаниях смолы. Выявлено, что при снижении удельного расхода смолы в 8 раз размер поровых каналов увеличивается примерно в 4 раза, что коррелирует с наблюдаемым в опытах ростом проницаемости породы (рис. 3).

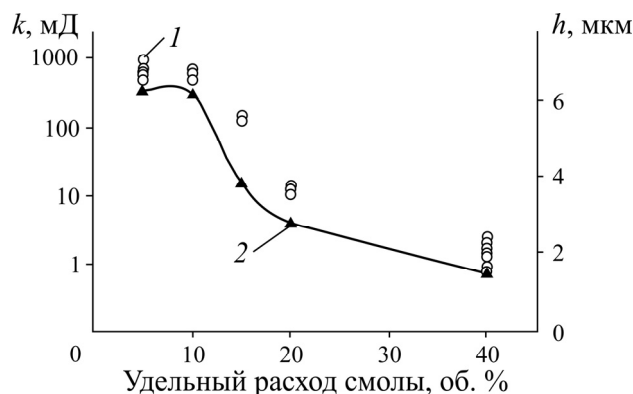


Рис. 3. Зависимость коэффициента газопроницаемости при $\sigma = 4$ бар (1) и средней ширины поровых каналов консолидированного песка (2) от объемного содержания высокоэластичной полиуретановой смолы

Для двухрастворного способа пропитки полиуретановой смолой средние значения коэффициента проницаемости консолидированного песка выше в 3.5–4.0 раза, чем при использовании однорастворного способа ($\sigma = 2–6$ бар). Возможная причина наблюдаемого различия — неполное реагирование компонент А и Б смолы в объеме породы.

Установлено, что проницаемость образцов при двухрастворном способе пропитки значительно снижается по мере роста сжимающей нагрузки, в то время как при однорастворной пропитке значение k в исследованном диапазоне нагрузок практически не изменяется (рис. 4).

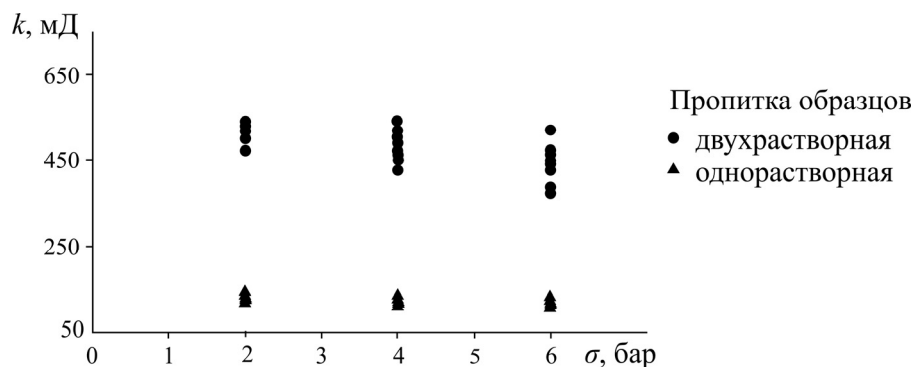


Рис. 4. Зависимость коэффициента проницаемости образцов песка, консолидированного высокоэластичной полиуретановой смолой при удельном расходе 15 об. % в зависимости от способа пропитки и давления всестороннего сжатия

ВЫВОДЫ

Фильтрационные свойства рыхлой породы, консолидированной высокоэластичной двухкомпонентной полиуретановой смолой, существенно зависят от удельного расхода полимерного состава и способа пропитки. Установлена связь между структурой и проницаемостью укрепленной рыхлой породы при неполном насыщении ее порового пространства полимером. Уменьшение объемной доли смолы с 20–40 до 5–10 об. % приводит к формированию пленочных агрегатов отвержденного полимера, к образованию большого количества межзеренных пустот и сквозных поровых фильтрационных каналов, что в конечном счете влечет за собой повышение проницаемости на 2–3 порядка.

Однорастворный способ пропитки рыхлой породы готовой смесью компонентов смолы обеспечивает более низкую проницаемость рыхлой породы по сравнению с последовательной ее пропиткой отдельными компонентами, смешивание которых происходит непосредственно в поровом пространстве укрепляемой породы.

Практическая значимость полученных результатов состоит в повышении эффективности использования низковязких двухкомпонентных высокоэластичных полимерных систем для стабилизации и изоляции рыхлых пород. В зависимости от решаемой геотехнической задачи становится возможным определять оптимальный расход полимера и способ пропитки породы для получения заданных характеристик консолидированного грунта.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Abdulrasool A. S. and Al-Wakel S. F. A. Effects of polyurethane foam on the behaviour of collapsible soils, *Geotech. Res.*, 2021, Vol. 8, No. 4. — P. 108–116.
2. **Укрепление грунтов** инъекционными методами в строительстве. СТО НОСТРОЙ 2.3.18-2011. — М.: БСТ, 2012. — 73 с.
3. Shilova T., Serdyukov A., Serdyukov S., and Ivanova O. Rock reinforcement by stepwise injection of two-component silicate resin, *Polymers*, 2022, Vol. 14, No. 23. — 5251.
4. Xiang Z., Zhang N., Zhao Y., Pan D., Feng X., and Xie Z. Experiment on the silica sol imbibition of low-permeability rock mass: With silica sol particle sizes and rock permeability considered, *Int. J. Min. Sci. Tech.*, 2022, Vol. 32, No. 5. — P. 1009–1019.
5. Климчук И. В., Маланченко В. М. Опыт применения полимерных технологий на горнодобывающих предприятиях России // *Горн. пром-ть*. — 2007. — № 4. — С. 22–25.

6. Шатилов С. В., Васильев В. В. Меры предупреждения обрушений пород в горных выработках угольных шахт // Безопасность труда в пром-сти. — 2014. — № 1. — С. 26–28.
7. Ismail M. A., Joer H. A., Sim W. H., and Randolph M. F. Effect of cement type on shear behavior of cemented calcareous soil, J. Geotech. Geoenviron. Eng., 2002, Vol. 128, No. 6. — P. 520–529.
8. Consoli N. C., Cruz R. C., Da Fonseca A. V., and Coop M. R. Influence of cement-voids ratio on stress-dilatancy behavior of artificially cemented sand, J. Geotech. Geoenviron. Eng., 2012, Vol. 138, No. 1. — P. 100–109.
9. Singh S., Kandasami R. K., Murthy T. G., and Coop M. R. On the modelling of stress-dilatancy behavior in weakly cemented sands, Soils Found., 2023, Vol. 63, No. 4. — 101328.
10. Пат. 2785877 РФ. Способ укрепления породного массива и органоминеральный двухкомпонентный состав для его осуществления / Т. В. Шилова, А. Н. Дробчик, А. В. Патутин, Л. А. Рыбалкин. — Оpubл. в БИ. — 2022. — № 35.
11. Liu J., Bu F., Bai Y., Chen Z., Kanungo D. P., Song Z., Wang Y., Qi C., and Chen J. Study on engineering properties of sand strengthened by mixed fibers and polyurethane organic polymer, Bull. Eng. Geol. Env., 2020, Vol. 79. — P. 3049–3062.
12. Anagnostopoulos C. A. Laboratory study of an injected granular soil with polymer grouts, Tunnell. Underground Space Technol., 2005, Vol. 20, No. 6. — P. 525–533.
13. Granata R., Vanni D., and Mauro M. New experiences in ground treatment by permeation grouting, Grouting and Deep Mixing, 2012. — P. 2013–2023.
14. Шилова Т. В., Сердюков С. В., Рыбалкин Л. А. Закрепление рыхлой породы инъекцией двухкомпонентной органоминеральной смолы // ФТПРПИ. — 2022. — № 5. — С. 178–187.
15. Ortiz R. C. Mechanical behavior of grouted sands, Civil Eng., 2015. — 117 p.
16. Chen Q., Yu R., Li Y., Tao G., and Nimbalkar S. Cyclic stress-strain characteristics of calcareous sand improved by polyurethane foam adhesive, Transportation Geotech., 2021, Vol. 31. — 100640.
17. Mollamahmutoglu M. and Littlejohn S. Varying temperature and creep of silicate grouted sand, Proc. Inst. Civil Eng. Ground Improvement, 1997, Vol. 1, No. 1. — P. 59–64.
18. Сердюков С. В., Шилова Т. В., Дробчик А. Н. Лабораторная установка и методика определения газопроницаемости горных пород // ФТПРПИ. — 2017. — № 5. — С. 172–180.
19. ГОСТ 26450.2-85. Методы определения коэффициента абсолютной газопроницаемости при стационарной и нестационарной фильтрации. — М.: Изд-во стандартов, 1985. — 17 с.
20. Тагер А. А. Физико-химия полимеров. — М.: Науч. мир, 2007. — 576 с.

Поступила в редакцию 06/І 2024

После доработки 22/І 2024

Принята к публикации 24/І 2024