УДК 550.83+550.34

ЛАБОРАТОРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМОСТИМУЛИРОВАННЫХ РАЗРУШЕНИЙ ГОРНЫХ ПОРОД

П.А. Казначеев[1], З.-Ю.Я. Майбук[1], А.В. Пономарев[1], В.Б. Смирнов[1,2], Н.Б. Бондаренко[1,2]

[1] - Институт физики Земли им. О.Ю. Шмидта РАН, г. Москва

[2] - МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва

В ходе нагрева и охлаждения образцов горных пород различного состава и структуры регистрировались импульсы термостимулированной акустической эмиссии (ТАЭ). Были прослежены известные особенности, связанные с развитием микроразрушений: термический аналог эффекта Кайзера, увеличение интенсивности ТАЭ около температуры фазовых переходов и при охлаждении. Обнаружено два не описанных ранее явления - длительная АЭ после остывания образца и модуляция интенсивности ТАЭ изменением скорости нагрева; рассмотрены возможные механизмы инициирования. Проведено сравнение пород по силе проявления особенностей.

Введение

Одной из важных задач при исследовании физики разрушения горных пород является отслеживание развития разрушений, которые инициируются внешним воздействием и обусловлены возникновением механических напряжений. Один из основных инструментов отслеживания развития разрушений - регистрация акустической эмиссии (АЭ). Акустико-эмиссионные методы (АЭ-методы) - это методы неразрушающего контроля, которые позволяют диагностировать состояние материала в широком диапазоне - как при нагрузках, много меньших критической, так и вблизи критического предела. АЭ-методы используются для диагностики состояния горных пород как в естественном залегании, так и в лабораторных условиях. При лабораторных испытаниях в основном производится механическое нагружение образцов материалов. В последнее время разрабатываются методы, основанные на исследовании разрушений в материалах при термическом (тепловом) воздействии – нагреве и охлаждении. Возникающая при этом АЭ называется термостимулированной акустической эмиссией (ТАЭ). Основная идея исследования ТАЭ аналогична исследованию АЭ при механическом нагружении. Однако создать термическое воздействие в некоторых случаях проще, чем механическое. Это обуславливает интерес к созданию методов контроля, основанных на исследовании ТАЭ. Применительно к изучению горных пород исследование ТАЭ имеет также и фундаментальное значение. При своем формировании и в условиях естественного залегания горные породы подвергаются как сильным механическим (давление), так и термическим (температура) воздействиям. Для каждого из воздействий в широком диапазоне варьируется величина (от пренебрежимо малой до

критической) и длительность (от секунд до целых геологических эпох). Например, интрузивные породы формируются в результате долгого остывания при большом давлении, а эффузивные – при быстром остывании при малом давлении. Поэтому понимание процессов разрушения в горных породах при термическом воздействии, наряду с механическим, важно для физики землетрясений (температурное поле в очаге), вулканологии (движение горячей магмы по каналам), тектонофизики (реконструкция напряжений) и изучения метаморфизма (фазовые переходы).

Отличительной особенностью развития разрушений в горных породах при механическом воздействии является эффект Кайзера. Этот эффект памяти проявляется при многократных нагружениях образца с увеличением максимального уровня давления от одного нагружения к другому. При этом интенсивность АЭ в текущем нагружении существенно меньше при давлении, меньшем максимального давления предыдущего нагружения, и резко возрастает при превышении этого максимального давления. Аналогичный эффект памяти наблюдается при термическом воздействии (нагреве): при температуре образца, меньше максимальной температуры предыдущего нагрева, интенсивность ТАЭ меньше интенсивности ТАЭ предыдущего нагрева. При превышении максимальной температуры предыдущего нагрева интенсивность ТАЭ резко возрастает. Сила проявления эффекта зависит от состава и структуры пород. Эффект дает возможность оценки напряжений, испытанных объемами горных пород в естественном залегании [Шкуратник и др., 2015].

При нагреве и охлаждении пород происходят фазовые переходы составляющих минералов, которые изменяют объем составляющих частей породы, что порождает механические напряжения. В силу широкого присутствия кварца в горных породах, лучше всего наблюдается размытый (растянутый) полиморфный $\alpha \leftrightarrow \beta$ переход кварца, о чем свидетельствуют и наблюдаемая продолжительная ТАЭ, и данные структурно-аналитических методов [Соболев и др., 2004].

Другой особенностью развития термически инициированных разрушений является влияние скорости нагрева на их интенсивность. Известно [Young et al., 1980; Васин и др., 2006], что интенсивность ТАЭ зависит от скорости равномерного нагрева при одинаковой текущей температуре.

Еще одна особенность связана с тем, что интенсивность разрушений больше при охлаждении, чем при нагреве [Browning et al., 2016]. Для объяснения этого авторы [Browning et al., 2016] связывают АЭ при нагреве с режимом всестороннего сжатия и незначительным ростом существующих межзерновых микротрещин, а АЭ при охлаждении – с режимом всестороннего растяжения, соответствующим появлению

значимого количества новых межзерновых микротрещин и некоторого числа внутризерновых микротрещин. В силу большей прочности пород на сжатие, чем на растяжение, интенсивность развития микротрещин выше при растяжении, т.е. охлаждении образца.

Задача нашего исследования состояла в выявлении известных особенностей, связанных с ТАЭ, в сравнении различных горных пород по силе их проявления, и в подробном изучении стадийности процесса развития термически инициированных разрушений с выявлением факторов, влияющих на интенсификацию разрушений и ТАЭ. Особое внимание планировалось обратить на поведение ТАЭ на этапе охлаждения и на влияние градиента температуры.

Методика экспериментов

Исследования проводились на экспериментальной установке, показанной на рис. 1.

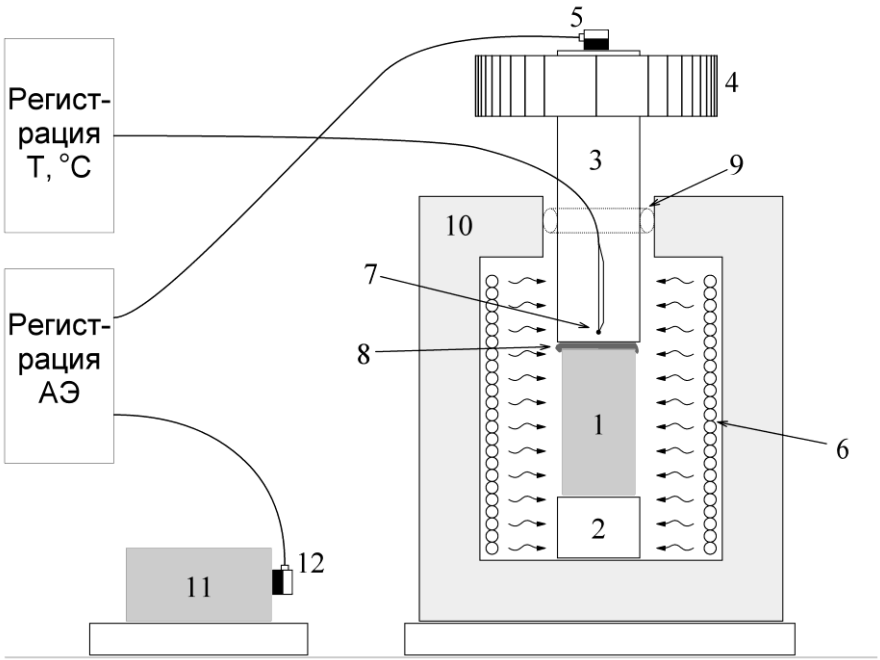

Рис. 1. Схема экспериментальной установки по исследованию ТАЭ: 1 – исследуемый образец, 2 – подставка под образец, 3 – акустический волновод, 4 – радиатор охлаждения, 5 – пьезоэлектрический датчик ТАЭ, 6 – нагревательный элемент, 7 – измерительная термопара, 8 – прослойка из индия, 9 – теплоизоляция, 10 – корпус печи, 11 – контрольный образец, 12 – датчик АЭ контрольного образца. Волнистыми стрелками условно показано тепловое излучение от нагревательного элемента.

Основным элементом установки является устройство нагрева (печь), в зону нагрева которой помещался образец. К верхнему торцу образца приставлялся акустический волновод, обеспечивающий прохождение сигналов ТАЭ от образца к

пьезоэлектрическому датчику АЭ Panametric-NDT V103 с резонансной частотой 1 МГц, закрепленному на верхнем торце волновода. Для уменьшения времени прохождения, числа переотражений и затухания упругих волн была выбрана как можно меньшая длина волновода. При такой небольшой длине волновода для возможности проведения экспериментов с нагревом образца выше 200°С на верхнем торце волновода установлен алюминиевый радиатор, принудительно охлаждаемый вентилятором. Все элементы устройства нагрева имеют осевую симметрию, ось образца совпадает с осью устройства нагрева. Вся конструкция образец-волновод-радиатор центрована снаружи устройства нагрева и пригружена.

При высоких температурах начинается ухудшение контакта между образцом и акустическим волноводом, происходит деградация поверхности, в силу расширения образца и элементов устройства нагрева изменяется площадь и степень контакта. Для решения проблемы стабильности контакта волновода с образцом нами было предложено использовать расплавленный индий (In) в качестве прослойки (заполнителя промежутка) между образцом и волноводом, чтобы обеспечить равномерное прохождение упругих волн через контакт образец-волновод. Перед экспериментом на обезжиренную поверхность торца образца горной породы помещали тонкий индиевый диск, ставили на него волновод с грузом и включали нагрев. При 156°С происходило плавление индия, который заполнял промежуток между образцом и волноводом. После выемки остывшего образца и волновода из печи они всегда были хорошо спаяны друг с другом индием.

Отметим, что в большинстве работ по исследованию ТАЭ потоки тепла (и пространственные градиенты температуры) на этапах нагрева и охлаждения направлены в противоположные стороны. В нашем устройстве нагрева градиент температуры и тепловой поток направлены вверх и на этапе нагрева, и на этапе охлаждения, за счет того, что основным путем для отвода тепла из зоны нагрева является волновод.

Для защиты от внешних акустических помех вся конструкция УН установлена на пенополиуретановой подушке. Для защиты от внешних электромагнитных помех стальной корпус УН заземлен. Сигналы с датчиков АЭ регистрировались программно-аппаратным комплексом ALine 32D, определялись параметры акустических импульсов и записывались их временные формы. Отдельно регистрировался сигнал с термопары для определения температуры.

Нагрев образцов вплоть до 750°С проводился в ручном режиме управления за счет регулирования напряжения на нагревательном элементе от 0 до 50 В. Скорость нагрева отслеживалась и контролировалась на уровне 1-3°С в минуту. Охлаждение образца осуществлялось либо полным выключением напряжения на нагревательном элементе, т.е.

соответствовало простому свободному остыванию УН, либо постепенным уменьшением напряжения на нагревательном элементе. ТАЭ для каждого образца исследовалась в единой серии экспериментов с нагревом до нескольких последовательно увеличиваемых температур.

Экспериментальный материал состоял из образцов горных пород и модельных образцов (табл. 1). Горные породы различались характером генезиса (магматические интрузивные, метаморфические, осадочные), минеральным составом, микроструктурой (тип текстуры, размер элементов, в т.ч. зерен), месторождением. Модельные образцы были изготовлены из металла (сталь, латунь) или искусственного минерала (кварц).

Таблица 1. Исследованные горные породы и искусственные материалы

Материал	Тип генезиса	Характеристика (для различных образцов одной породы)	Плотность, г/см^3
гранит	магматический интрузивный	серый мелкозернистый (Вестерли)	2.65
		серый среднезернистый	2.65
		красный крупнозернистый	2.55
		индийские однородные и индийские слоистые	2.7-2.9
песчаник	осадочный	крупнозернистый	1.9
		мелкозернистый	2
мрамор	метаморфический	-	2.45
кварцит	метаморфический	-	2.7
пирофиллит	гидротермальный	-	2.3
доломит	гидротермальный	-	2.9
латунь	искусственный	-	8.5
сталь	искусственный	-	7.8
кварц искусственный	искусственный	-	2.63

Результаты исследования

По итогам серий нагревов каждого образца был выявлен термический аналог эффекта Кайзера (рис. 2, слева). Для количественной оценки силы проявления эффекта и сравнения разных пород использовалось отношение уровня интенсивности ТАЭ для одинаковой температуры при первичном и при повторном нагревах. Также было выявлено увеличение интенсивности ТАЭ около фазового $\alpha \rightarrow \beta$ перехода кварца при приближении к

температуре перехода 574°С (рис. 2, слева). Для количественной оценки бралась максимальная интенсивность ТАЭ, наблюдаемая около 574°С.

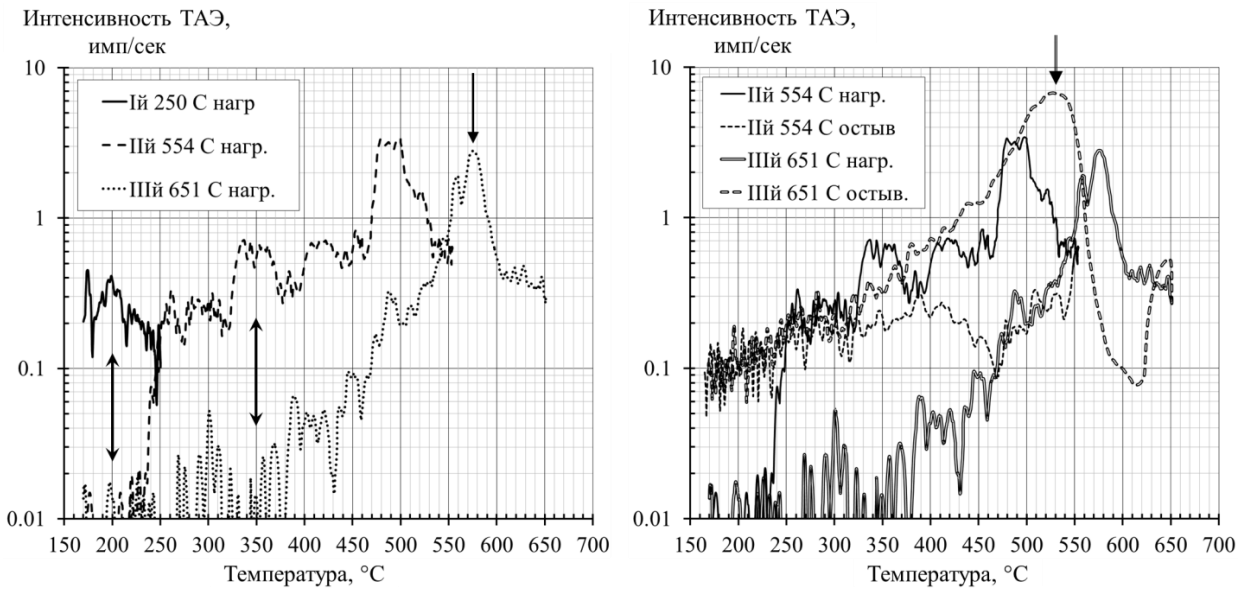

Рис. 2. Пример зависимостей интенсивности ТАЭ от температуры для разных нагревов и остываний одного и того же образца, построенных для выявления интересующих особенностей. Двусторонними стрелками показано проявление термического аналога эффекта Кайзера, односторонней стрелкой слева - увеличение интенсивности ТАЭ около фазового α→β перехода кварца, справа - увеличение интенсивности ТАЭ при охлаждении.

Отдельно были проведены исследования при охлаждении образцов, и было обнаружено увеличение интенсивности ТАЭ после начала остывания (рис. 2, справа). У кварцсодержащих пород такое увеличение, как правило, наблюдается при нагреве выше температуры фазового перехода кварца. Количественным критерием эффекта усиления интенсивности ТАЭ при остывании может служить соотношение максимальных интенсивностей ТАЭ до и после достижения максимальной температуры нагрева (т.е. при нагреве и при остывании). Влияние фазового перехода кварца, если оно есть, при этом учитывается автоматически.

При исследовании охлаждения образцов был выявлен новый эффект - длительная, в течение нескольких суток акустическая эмиссия после остывания образца до комнатной температуры, условно названная "холодной" ТАЭ (рис. 3). Для количественной оценки силы проявления эффекта "холодной" ТАЭ использовалась величина интенсивности АЭ через 4 часа после остывания образца до температуры 30°С, близкой к комнатной. Сам эффект наблюдался только у части пород.

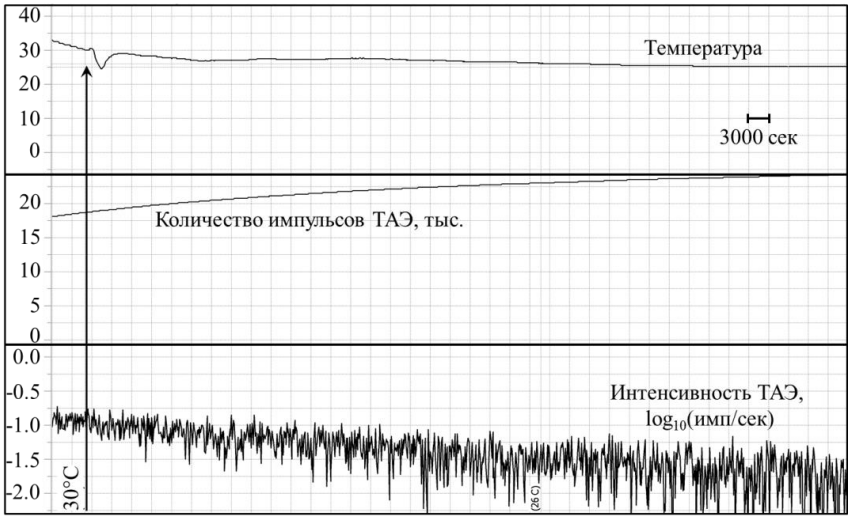

Рис. 3. "Холодная" ТАЭ, стрелкой показан переход через температуру 30°С.

При анализе изменения температуры была обнаружена модуляция интенсивности ТАЭ скоростью нагрева (рис. 4). Скачок скорости нагрева (скорости изменения температуры) связан со ступенчатым характером нагрева - мощность нагрева регулировалась ступенчатым изменением напряжения на нагревательном элементе. После скачка скорости нагрева на диаграмме интенсивности с некоторой задержкой также наблюдался скачок.

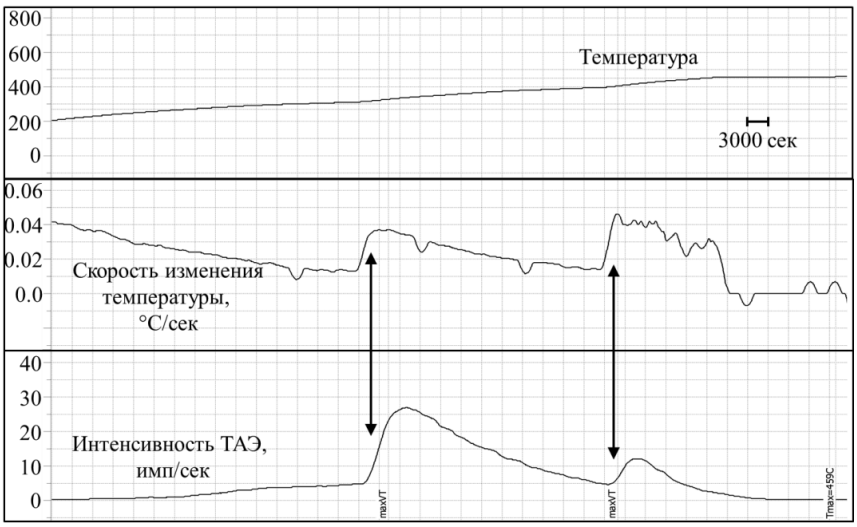

Рис. 4. Модуляция интенсивности ТАЭ скоростью изменения температуры, стрелками показаны "скачки" скорости температуры и интенсивности ТАЭ.

Для количественной оценки степени влияния скорости нагрева на интенсивность ТАЭ на основе [Шкуратник и др., 2015] была предложена модель:

$$I_{\text{АЭ}} \sim \Delta T \cdot (V_T)^{\eta} \qquad (1)$$

где $I_{АЭ}$ - интенсивность ТАЭ, ΔT - разность текущей и начальной (комнатной) температуры образца, V_T - скорость нагрева, η - степенной показатель при V_T,

характеризующий влияние скорости нагрева. Опуская промежуточные выкладки, скажем, что показатель η может быть оценен как:

$$\eta \approx \frac{\Delta \log_{10}(I_{\text{АЭ}})}{\Delta \log_{10}(V_T)} \qquad (2)$$

где $\Delta\log_{10}(I_{АЭ})$ - скачок логарифма интенсивности ТАЭ, а $\Delta\log_{10}(V_T)$ - скачок логарифма скорости нагрева. Это справедливо в предположении, что температура ΔT не успевает сильно измениться за время скачка. На основе анализа скачков скорости температуры и интенсивности ТАЭ при модуляции можно оценить η.

По результатам исследования была составлена сравнительная таблица силы проявления различных особенностей, связанных с ТАЭ, для разных пород (табл. 2).

Таблица 2. Сила проявления особенностей, связанных с ТАЭ, для исследованных пород

Эффект / Порода		Термический аналог эффекта Кайзера	Эмиссия при фазовом переходе кварца	Усиление эмиссии при охлаждении	Модуляция эмиссии скоростью нагрева	«Холодная» ТАЭ
граниты	мелкозерн. Вестерли	Да	Да, слабая	Да	Да	Да
	серый среднезерн.	Да	Да, сильная	Нет	Да	Да
	красный крупнозерн.	Да, сильный	Да, сильная	Нет	Да	Да
	индийский	Да	Возможно	Да	Возможно	Да
Песчаник мелкозерн.		Да, сильный	Да, слабая	Нет (?)	Да, слабая	Нет
Кварцит		Возможно	Да, оч. сильная	Да	Нет	Нет
Мрамор		Да, оч. сильный	Возможно (?)	Да, оч. сильное	Да	Да
Пирофиллит		Да, сильный	Возможно (?)	Нет	Возможно	Нет
Доломит		Возможно	Возможно (?)	Да	Возможно	Нет
Кварц искусств.		Нет	Да, оч. сильная	Да	Нет	Нет
Сталь		Нет	Нет	Да	Нет	Нет
Латунь		–	–	Да	Нет	Нет

Обсуждение результатов

Из сравнения результатов в табл. 2 можно сделать следующие выводы. Термический аналог эффекта Кайзера присутствует почти у всех горных пород, но отсутствует у искусственных материалов (кварц, сталь). Эмиссия при фазовом переходе кварца присутствует у всех кварцсодержащих пород и показывает его размытый характер.

При охлаждении усиление эмиссии наблюдается только у части материалов, в основном не имеющих выраженную зернистую структуру.

Зависимость интенсивности ТАЭ от скорости нагрева, определенная по модуляции при резком изменении скорости, наблюдается в явном виде только у части горных пород (граниты, песчаник и мрамор). Нагрев при этом не является равномерным, и одним из возможных механизмов модуляции может быть влияние на ТАЭ неравномерности и нестационарности градиента температуры в микроскопическом масштабе, сопоставимом с размерами структурных элементов – зерен. Отметим, что некоторые теоретические исследования [Molaro et al., 2015], наоборот, говорят о малом влиянии микроскопического градиента на развитие термомеханических напряжений.

Новая особенность - «холодная» ТАЭ достоверно наблюдается только у гранитов и мрамора. Возможно, она опосредованно связана с кристаллизацией индия, т.к. из-за неравномерности сжатия в системе «волновод - прослойка индия – образец» после кристаллизации индия могут возникать напряжения вблизи стыка, и непосредственно после кристаллизации мы наблюдаем всплеск АЭ. Но этот механизм не может быть определяющим, т.к., во-первых, при повторных нагревах этот всплеск практически полностью сглаживается (исчезает), а «холодная» ТАЭ остается, а, во-вторых, такой механизм должен был бы проявляться вне зависимости от породы. Проникновение расплавленного индия в структуру породы не подтверждается физико-химическим анализом. Еще одной причиной может быть изменение условий прохождения упругих волн после кристаллизации индия – улучшение прохождения слабых сигналов, связанных с ТАЭ. Тогда «холодная» ТАЭ – это продолжение эмиссии, инициированной остыванием.

Заключение

Исследована ТАЭ более чем в двух десятках образцах горных пород разного минерального состава, структуры и происхождения. Определена степень проявления особенностей, связанных с ТАЭ. Подтверждено наличие эффектов, связанных с ТАЭ и наблюдавшихся ранее другими авторами – термического аналога эффекта Кайзера, увеличение интенсивности ТАЭ при фазовых переходах кварца, увеличение интенсивности ТАЭ при остывании, зависимость интенсивности ТАЭ от типа пород, влияния скорости нагрева на интенсивность ТАЭ. Использование усовершенствованной установки, методики эксперимента и обработки данных позволило существенно (на 1-2 порядка) увеличить количество накапливаемых событий по сравнению с данными других авторов, что важно для отслеживания динамики ТАЭ.

Проанализировано воздействие вариаций скорости нагрева из-за ступенчатого характера изменения мощности нагрева на интенсивность ТАЭ. Увеличение интенсивности может быть инициировано нестационарностью микроскопического градиента температуры. Предложена оригинальная методика количественной оценки влияния скорости нагрева на интенсивность ТАЭ, использующая указанные вариации.

Обнаружен новый эффект «холодной» ТАЭ, который заключается в продолжении эмиссии после охлаждения образца до комнатной температуры, т.е. после «снятия» термического воздействия. Инициирование процесса связано с охлаждением.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке совместным российско-индийским проектом РНФ-DST India: грант РНФ № 16-47-02003, грант INT/RUS/RSF/P-13 Департамента науки и технологии Правительства Индии.

Литература

Васин Р.Н., Никитин А.Н., Локаичек Т., Рудаев В. Акустическая эмиссия квазиизотропных образцов горных пород, инициированная температурными градиентами // Физика Земли. 2006. № 10. С. 26-35.

Соболев Г.А., Пономарев А.В., Никитин А.Н., Балагуров А.М., Васин Р.Н. Исследование динамики полиморфного α-β–перехода в кварците методами нейтронной дифрактометрии и акустической эмиссии // Физика Земли. 2004. №10. С. 5–15.

Шкуратник В.Л., Вознесенский А.С., Винников В.А. Термостимулированная акустическая эмиссия в геоматериалах. М.: изд. "Горная книга". 2015.

Browning J., Meredith P., Gudmundsson A. Cooling-dominated cracking in thermally stressed volcanic rocks / Geophys. Res. Lett. Vol. 43. 2016. Iss.16. P. 8417–8425.

Molaro J.L., Byrne S., Langer S.A. Grain-scale thermoelastic stresses and spatiotemporal temperature gradients on airless bodies, implications for rock breakdown // J. Geophys. Res. Planets. Vol.120. 2015. Iss. 2. P. 255–277.

Young C., Wang C.-Y. Thermally induced acoustic emission in Westerly granite // Geophys. Res. Lett. 1980. Vol. 7. No. 12. P. 1089-1092.