

УДК 622:534:533.068.41

В.Г. Нестерова, К.Е. Пономарёв, Ю.С. Бахтина

**ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ОПТИЧЕСКОГО
И ТЕРМОАКУСТОЭМИССИОННОГО МЕТОДОВ
ДЛЯ ОЦЕНКИ ОКИСЛЕННОСТИ ИСКОПАЕМЫХ
УГЛЕЙ**

Приведены результаты экспериментальных исследований, свидетельствующие о возможности оценки окисленности углей при помощи оптического и термоакустоэmissionного методов.

Ключевые слова: уголь, окисленность, оптический метод, акустическая эмиссия, термоакустоэmissionный эффект памяти.

Способность взаимодействовать с окислительными реагентами, такими как кислород, вода и диоксид углерода является одним из базовых свойств ископаемого органического сырья, определяющих склонность его к окислению и самовозгоранию. Среди этих реагентов наибольшую активность в процессах естественного окисления углей проявляет кислород. Процессы окисления происходят на всех стадиях углеобразования, однако мы ограничимся процессами природного выветривания и окислением, происходящим в пластах при их эксплуатации. Последнее имеет место при разработке угольных пластов, когда естественная восстановительная среда вытесняется окислительной. При общем свойстве взаимодействовать с кислородом, скорость этого процесса для разных углей неодинакова. Даже для углей одной стадии метаморфизма, близкого петрографического и вещественного (влаги, зольности, минеральные составляющие) состава, склонность углей к окислению различна и определяется генетическим типом глифицированного органического вещества (витринита) [1, 2]. Генети-

ческий тип угля является параметром, характеризующим структуру и текстуру органического вещества витринитов, не зависит от стадии метаморфизма угля и является обобщенным для различных угольных бассейнов. В работе [3] на основе параметризации изображений микроструктур углей методом фликкершумовой спектроскопии (ФШС), были установлены характеристические параметры описания органического вещества витринитов. В самом общем случае выделены 4 генотипа углей: I - телинитовые угли, II - посттелинитовые угли, III - преколлинитовые угли, IV - коллинитовые угли. Основные отличия между ними связаны с различной степенью разложения органического вещества и соответственно с ФШС- параметрами описания микроструктуры.

При сравнении изометаморфных углей разных генотипов было установлено [1], что разрушение углей I-II генотипа (при термоокислении в интервале 150-300 °С) приводит к образованию густой сетки трещин, затрагивающих все зерно и приводящих к нарушению его сплошности.

Определение химического и функционального состава окисленных углей показало, что относительное уменьшение содержания углерода при термоокислении больше для углей III-IV генотипа. Такие закономерности указывают на большую реакционную способность углей III-IV генотипа при окислении и, как результат, на их большую склонность к возгоранию при более высоких температурах. Данные по влиянию структурно-текстурных и структурно-химических особенностей углей разных генотипов на изменение их свойств легли в основу методики оценки склонности углей к окислению и самовозгоранию.

В настоящей работе рассматривается возможность оценки окисленности углей на основе оптического и термоакустоэмиссионного методов исследования.

Результаты оценки окисленности углей оптическим методом

Для проведения исследований были выбраны каменные угли Кузнецкого бассейна, добываемые открытым способом. Угли характеризуются одинаковой стадией метаморфизма и близким петрографическим составом. Образцы 1-3 отобраны из смежных пластов разреза «Южный». Образцы 4 и 5 относятся к углям разреза «Распадский» и соответствуют разной категории природной окисленности: Разрез «Южный», пл.66 марка Г; Разрез «Южный», пл.67 марка ГЖО; Разрез «Южный», пл.68 марка Г; Разрез «Распадский» пл.7 (сильно-окисленный); Разрез «Распадской» пл.9 (средне-окисленный).

Для исследования были отобраны образцы углей размером 20 - 30 мм. Образцы углей (1-3) были подвергнуты окислению при температуре 160 °С в течении 20 часов. Окисление углей проводили в условиях паровоздушной среды постоянного состава.

Образцы были исследованы микроскопическим методом. Для этого образцы углей до и после окисления были пропитаны эпоксидной смолой с отвердителем для предотвращения их разрушения при шлифовании. После затвердевания смолы, были изготовлены аншлиф-куски углей. Анализируемую поверхность образцов выбирали перпендикулярно напластованиям.

Исследование поверхности образцов проводили на оптической установке, состоящей из микроскопа OLYMPUS 51 BX, видеосистемы и блока регистрации и обработки данных. Определяли степень окисленности углей в процентах по ГОСТ 8930-94.

$$OK_{оп} = B \cdot 100 / (B + H), \quad (1)$$

где B - число точек выветренных площадей аншлифа, H - число точек невыветренных площадей аншлифа.

Также, были проведены определения удельной трещиноватости T (мм²), как отношение количества трещин (N) к площади соответствующей поверхности (S, мм²)

$$T_{уд} = N / S. \quad (2)$$

Результаты проведенных исследований представлены в таблице.

Полученные результаты показали, что образцы углей 1 и 2 имеют близкие показатели окисленности, в то время как для угля 3 соответствующие показатели в 2 раза выше. Трещины в этом образце ориентированы перпендикулярно друг другу, разбивая поверхность на блоки. Полученные данные, а также предварительный тест на окисленность (по окрашиванию щелочной пробы) дают основание считать уголь 3 окисленным. Для углей 1 и 2 признаки окисленности не обнаружены.

Окисление углей 1 и 2, имеющих близкие показатели окисленности, протекает в разной степени: более активно происходит разрушение угля

Результаты определения степени окисленности и удельной трещиноватости образцов угля

Образец № п/п	Степень окисленности ОК _{оп} , %	Удельная трещиноватость, Т _{уд} , мм ²
1 <u>исходный</u>	14	7,5
1 <u>окисленный</u>	27	20,5
2 <u>исходный</u>	16	10
2 <u>окисленный</u>	22	13,3
3 <u>исходный</u>	74	70
3 <u>окисленный</u>	33	26

1. Интересный результат получен для образца 3. Окисление приводит к снижению показателей ОК_{оп} и Т_{уд}. При этом после окисления наблюдаются разрушения образцов углей с образованием большого количества мелких классов углей. Дополнительное окисление уже окисленных углей приводит к разрушению образцов и образованию мелочи. Характер трещинообразования при окислении угля 3 такой же, как для углей 1 и 2: окисление в паровоздушной среде приводит к образованию магистральных трещин во взаимно-перпендикулярных направлениях (рис. 1-3). При этом также наблюдается образование большого количества каверн на поверхности углей.

Угли 4-5, окисленные в естественных условиях, характеризуются показателем ОК_{оп} близким к 100%. Дополнительное окисление, также как и для угля 3, приводит к активному разрушению образцов и снижению показателей окисленности на отдельных зернах.

Результаты оценки окисленности углей термоакустоэмиссионным методом

Для оценки окисленности был применён также термоакустоэмиссионный метод. Суть метода заключается в регистрации акустической эмиссии в образце при его нагревании. В

результате проведённых термоакустоэмиссионных измерений были получены результаты, интерпретация которых позволяет качественно определить степень окисленности углей.

Проводилось две серии измерений. Первая серия включала измерения в процессе нагревания образцов до 250 °С со скоростью нагревания от 8 до 11 °С в минуту. Её целью являлось установления характера проявления АЭ. Во второй серии проводились измерения для выявления термоакустоэмиссионного эффекта памяти (ТЭП).

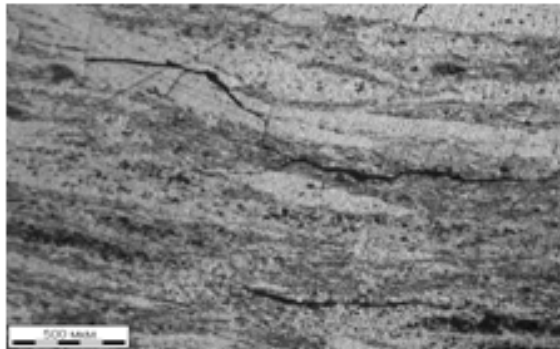
Для неокисленных образцов группы 1-3 активность АЭ проявлялась на достаточно высоком уровне (рис. 4, а).

Явное проявление эмиссии наблюдается при температуре выше 140 - 150 °С. Данные угли не являются окисленными и, как следствие, не имеют густой сетки трещин, а следовательно, у образца не нарушена целостность, что и отражается на характере АЭ.

Для искусственно окисленных углей уровень эмиссии снизился. При этом характер проявления АЭ стал дискретным. На рис. 5 представлен пример для искусственно окисленного образца.

Показатель трещиноватости ОК_{оп} указывает на то, что у искусственно окисленных образцов образуется сетка

а)

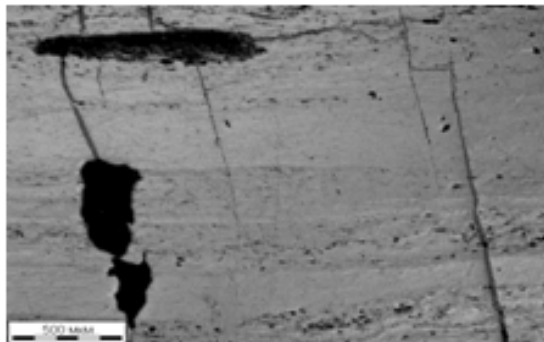


б)



Рис. 1. Трещины в угле №1 (а - исходный, б - окисленный)

а)



б)

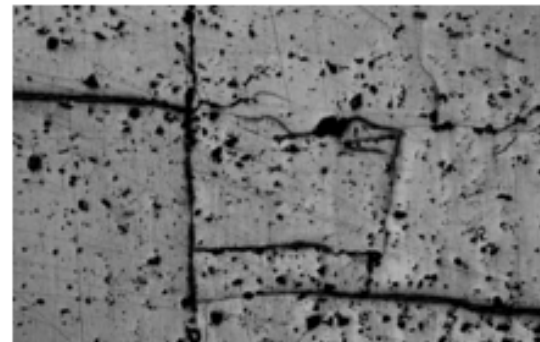


Рис. 2. Трещины в угле №2 (а - исходный, б - окисленный)

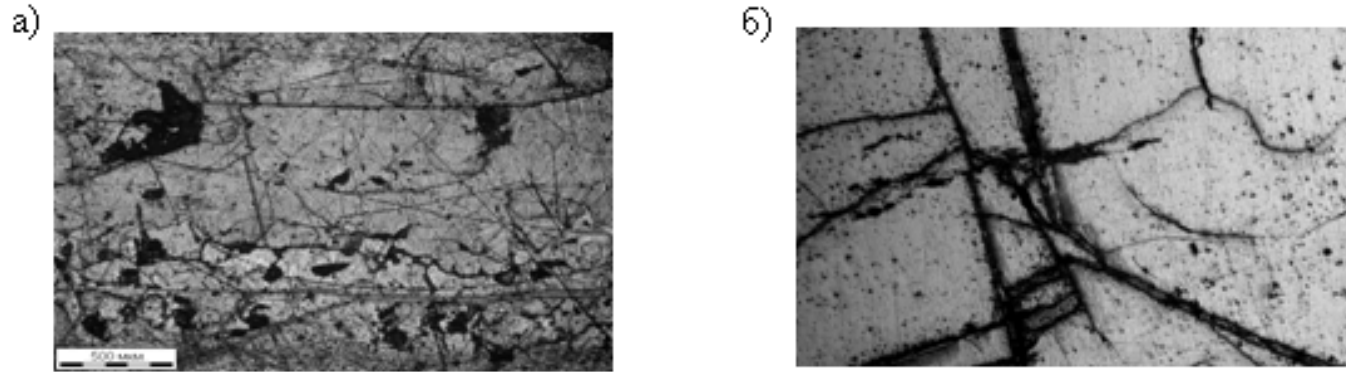


Рис. 3. Трещины в угле №3 (а - исходный, б - окисленный)

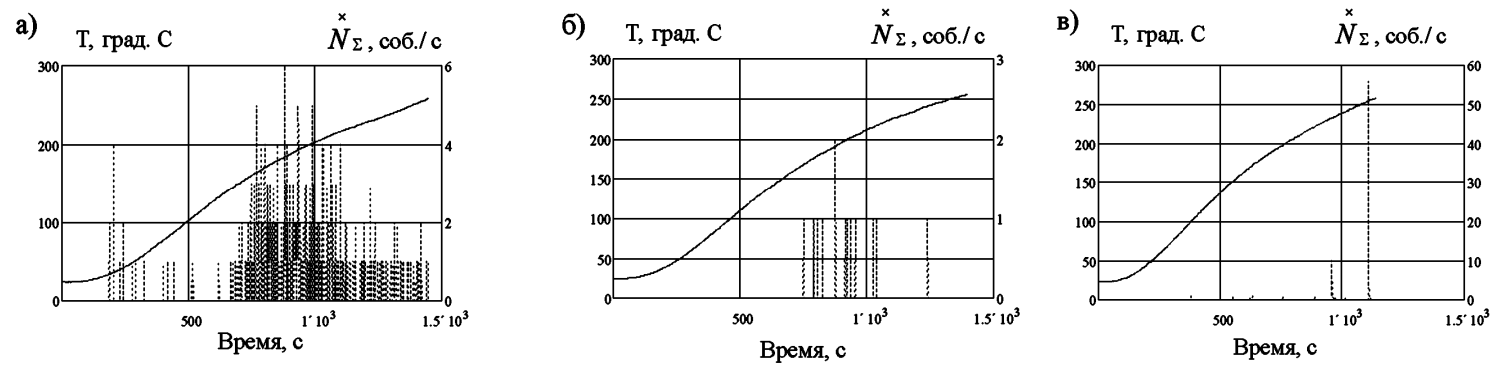


Рис. 4. Зависимость активности АЭ от температуры во времени для неокисленного (а), искусственно окисленного (б) и окисленного в естественных условиях (в) образцов

трещин и степень их разупрочнения выше, чем у неокисленных образцов. Как следствие, нарушаются упругие связи между отдельными элементами образца, а возникающие в результате нагревания внутренние термонапряжения не всегда сопровождаются образованием сигналов АЭ. Кроме того, даже в случае возникновения таких сигналов в трещиноватой среде, они быстро затухают.

На образцах окисленного в естественных условиях угля эмиссия проявлялась слабо. Угли 4 и 5, окисленные в естественных условиях, характеризуются показателем $OK_{оп.}$ близким к 100%, что проявляется в значительной нарушенности их структуры. При этом образцы разрушаются при небольших механических воздействиях. При разрушении образца при нагревании отмечается пик активности АЭ (рис. 4, в).

ТЭП проявляется при циклическом нагревании образца горной породы с возрастающей от цикла к циклу амплитудой температурного воздействия и заключается в невоспроизводимости АЭ вплоть до максимальной температуры предшествующего цикла, когда АЭ скачкообразно возрастает до уровня соответствующего значению

T_{max}^I [4]. Процесс окисления сопровождается нарушением структуры геоматериала, что приводит к невоспроизводимости ТЭП. Следовательно, проявление ТЭП указывает на тот факт, что уголь не был подвержен окислению или является слабо окисленным. Количественно оценить воспроизводимость ТЭП позволяет параметр FR_T (Felicity ratio - FR). Применительно к ТЭП показатель сохранности имеет вид

$$FR_T = T_*^{II} / T_{max}^I, \quad (3)$$

где T_*^{II} - температура, при которой проявляется ТЭП в тестовом цикле нагревания, а T_{max}^I - максимальная температура исследуемого образца горной породы в первом (установочном) цикле его нагревания.

При испытании образцов на проявление ТЭП были выявлены следующие закономерности. Для неокисленных углей эффект памяти проявился, но показатель сохранности памяти FR_T принимал низкие значения ($FR_T \approx 0.75$).

Для слабо окисленных углей этот показатель составил $\approx 0,65$. Значение данного параметра характеризует

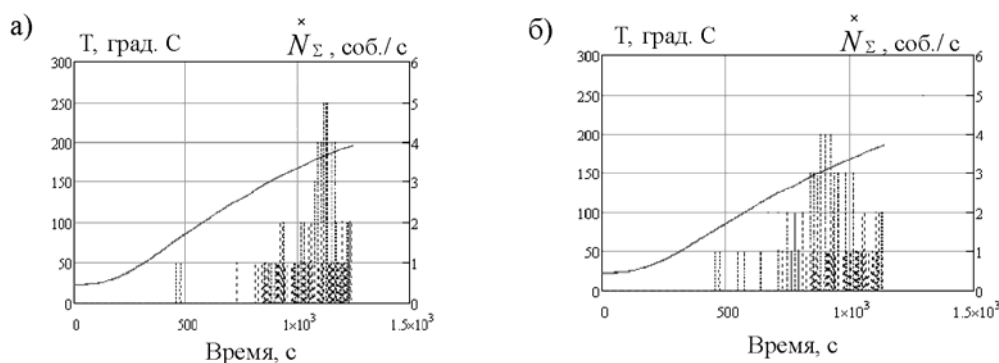


Рис. 5. Зависимость активности АЭ в установочном (а) и тестовом (б) циклах нагревания неокисленного угля

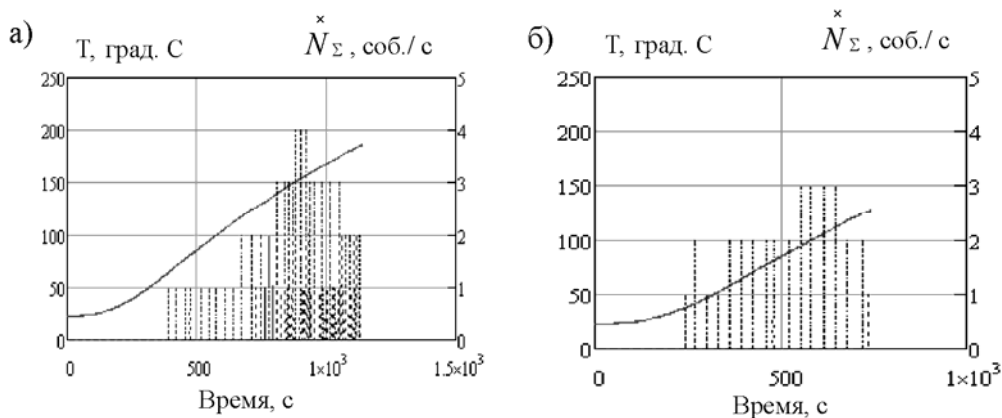


Рис. 6. Активность АЭ слабо окисленных углей в установочном (а) и тестовом (б) циклах нагревания

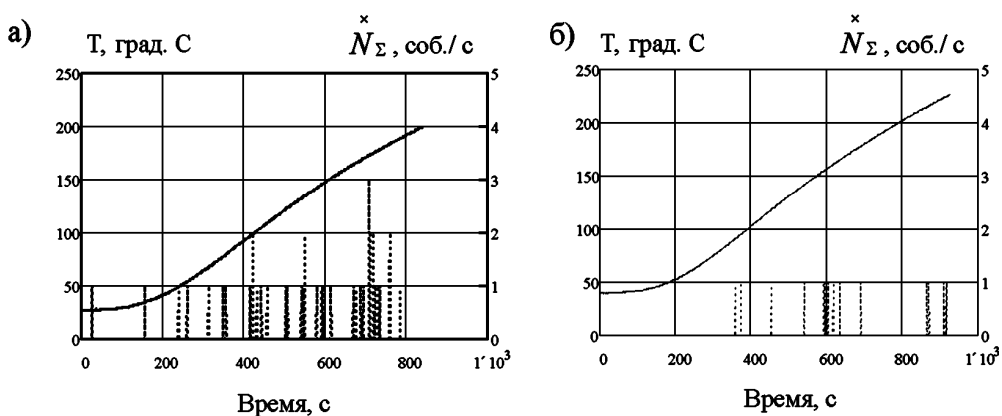


Рис. 7. Активность АЭ сильно окисленных углей в установочном (а) и тестовом (б) циклах нагревания

«стирание памяти», то есть чем показатель FR_T ниже, тем хуже сохранность памяти. Что же касается сильно окисленных углей, то у них ТЭП не наблюдался. Это указывает на нарушение структуры у сильно окисленных углей.

На рис. 5, а, б, 6, а, б, 7, а, б приведены результаты испытаний образцов неокисленного, слабо окисленного и сильно окисленного угля в уста-

новочном и тестовом циклах соответственно.

Выводы

Представленные результаты экспериментальных исследований свидетельствуют о возможности оценки степени окисленности угля оптическим методом на основании определения количественных и качественных характеристик нарушенности поверхности образцов, а также о возможно-

сти такой оценки на основе термоакустоэмиссионных измерений.

При термоакустоэмиссионных испытаниях по выявлению характера проявления АЭ были получены следующие особенности. Для неокисленных углей активность АЭ проявлялась на высоком уровне, для слабо окисленных образцов угля уровень проявления активности АЭ стал ниже, а для сильно окисленных - эмиссия проявлялась слабо. То есть, чем больше

степень окисленности угля, тем всё слабее проявление АЭ.

При испытании образцов на термоэмиссионный эффект памяти было отмечено, что с ростом степени окисленности угля показатель сохранности памяти FR_T снижался (для неокисленных углей FR_T принимал значения $\approx 0,75$, а для слабо окисленных – $\approx 0,65$), в то время как для сильно окисленных углей ТЭП не наблюдался.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Эпштейн С.А.* Физико-механические свойства витринитов углей разных генотипов. – Горный информационно-аналитический бюллетень. - 2009. - №8. - С.58-69.
2. *Эпштейн С.А., Нестерова В.Г., Монгуш М.А.* Методы оценки склонности углей к окислению и самовозгоранию. Горный информационно-аналитический бюллетень. - 2008. - №12. - С. 211-216.
3. *Aipshtein S.A., Novikova V.A.* Definition of inclination of coals to oxidation by petrographic and structural attributes // Proceeding of International Conference on Coal Science and Technology. Nottingham, UK, August 28th - 31st 2007. - CD.-University of Nottingham. - 8p.
4. *Ржевский В.В., Ямшиков В.С., Шкуратник В.Л.* Термоэмиссионные эффекты памяти горных пород. // Доклады АН СССР. - 1985. - Т. 283. - №4. **ГИАН**

Коротко об авторах

Нестерова В.Г., Пономарёв К.Е. – аспиранты;
Бахтина Ю.С. – студент,
 E-mail: ftkp@mail.ru
 Московский государственный горный университет,
 Moscow State Mining University, Russia, ud@msmu.ru



ДИССЕРТАЦИИ ТЕКУЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ О ЗАЩИТАХ ДИССЕРТАЦИЙ ПО ГОРНОМУ ДЕЛУ И СМЕЖНЫМ ВОПРОСАМ

Автор	Название работы	Специальность	Ученая степень
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ГОРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ			
ВОРОНОВ Геннадий Александрович	Геомеханическое обоснование глубинного захоронения промышлен- ленных отходов в подрабатывае- мых породных массивах	25.00.20 25.00.16	к. т. н.