

**В.Л. Шкуратник, Е.А. Новиков, Р.О. Ошкин**

## **ВЛИЯНИЕ ПРОЦЕССА КРИОГЕННОЙ ДЕЗИНТЕГРАЦИИ УГЛЕЙ РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ НА ХАРАКТЕРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ИХ ТЕРМОСТИМУЛИРОВАННОЙ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ\***

Представлено описание аппаратного и методического обеспечения для исследований явления криогенной дезинтеграции в ископаемых углях методом термостимулированной акустической эмиссии. Изложены первые результаты таких исследований. Показана возможность применения выявленных закономерностей для оценки устойчивости структурных связей углей к явлению криогенной дезинтеграции и идентификации на этой основе их типа. Ключевые слова: криотермическое воздействие, угли, идентификация, криогенная дезинтеграция, эксперимент, акустическая эмиссия, структурные связи.

### **Введение**

**П**од криогенной дезинтеграцией понимается процесс преобразования состава, структуры, текстуры и свойств геоматериала из-за изменения термонапряжений, окисления, расклинивающего действия воды и льда и др. при длительном воздействии отрицательных температур или при многократных переходах температуры окружающей среды через 0 °С [1]. Принимая во внимание, что значительная часть отечественных угледобывающих предприятий находится в северных регионах страны, задача контроля процесса криогенной дезинтеграции добытого угля при его хранении и транспортировке является весьма важной. Традиционно эта задача решается с помощью метода оптической микроскопии [2, 3]. Он достаточно надежен и информативен, но в тоже время трудоемок и требует сложного приборного обеспечения, что не позволяет реализовать его в полевых условиях. Кроме того, по экономическим причинам, число

\* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант 16-05-00033 А.

контролируемых указанным методом образцов в каждой партии угольной продукции весьма ограничено. Малый размер контролируемой выборки и сложность получения соответствующей измерительной информации не позволяют надежно прогнозировать ухудшение потребительских свойств углей и риски их самовозгорания в вагонах, штабелях и угольно-породных отвалах.

В свою очередь, из работ [4, 5, 6] следует, что метод термостимулированной акустической эмиссии (ТАЭ) пригоден для оценки параметров структуры горных пород и принципиально позволяет оперативно проводить массовые испытания их образцов в полевых условиях при минимальных затратах. Однако применение метода ТАЭ для изучения ископаемых углей до недавнего времени носило чрезвычайно ограниченный характер [7, 8].

С учетом сказанного, в рамках настоящей работы рассматриваются вопросы разработки аппаратурного и методического обеспечения ТАЭ исследования углей, подвергавшихся воздействию (в т.ч. циклическому) отрицательных температур. Одна из приоритетных задач указанных исследований может быть сформулирована как определение степени криогенной дезинтеграции углей в функции от обусловленных генезисом особенностей их структуры.

### **Постановка экспериментов**

Объектом исследований являлись отобранные по ГОСТ 9815 промышленно-пластовые пробы каменного угля марки ДГ (разрез «Талдинский») и бурого угля марки 2БР (разрез «Львовский»). Из проб углей каждого типа было изготовлено по 34 образца (куска), которым далее методом сухой шлифовки была придана форма призм примерно одинакового между собой объема с длиной ребер 25–35 мм. Затем эти образцы были разделены на две группы: исходные (не подвергавшиеся криогенному воздействию) и те, которые помещались в морозильную камеру типа SE 10-45, где подвергались одному, двум, трем, четырем или пяти циклам замораживания / оттаивания. Под циклом понимается охлаждение образца, выдержка на  $T_{\min} = \text{минус } 30\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение не менее чем 90 мин и последующее естественное оттаивание до плюс  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Все образцы были подвергнуты испытаниям методом ТАЭ. При этом использовалась лабораторная установка, внешний вид которой с указанием ее основных функциональных элементов представлен на рис. 1.

Перед испытанием образец 1 угля фиксировался между волноводом 2 из кварцевого стекла, передающим измерительную

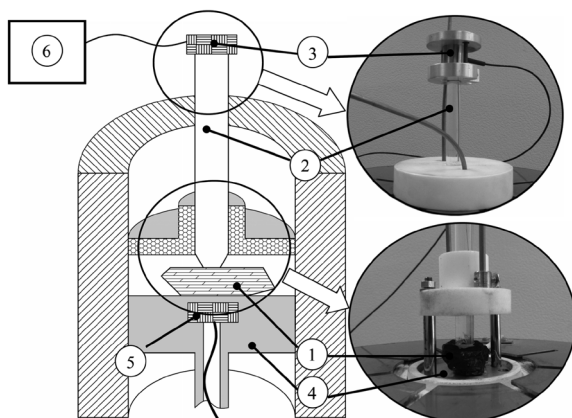


Рис. 1. Схема лабораторной установки

информацию в виде сигналов ТАЭ на пьезоэлектрический приемный преобразователь (ПЭП) 3, и цилиндрическим металлическим корпусом 4, содержащим ПЭП 5. Далее эта конструкция помещалась в нагревательную трубчатую печь типа Nabertherm RT 50/250/11. Температурный режим эксперимента устанавливался с помощью контроллера типа Р 320. Регистрация сигналов с выхода каждого ПЭП производилась акустико-эмиссионной измерительной системой 6 А-Line 32D. В ходе испытания акустико-эмиссионный отклик стимулировался за счет нагрева образца до определенной температуры со скоростью порядка  $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$  и длительной (более 5 ч) выдержкой на этой температуре в герметичной камере печи.

### Результаты испытаний образцов исходного угля. Отработка и обоснование методики

С целью проработки методического обеспечения и обоснования достоверности получаемых результатов ТАЭ испытаний, в первом цикле экспериментов использованы образцы исходных углей, которые нагревались до одной из следующих рабочих температур  $T_p$ :  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $110/120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Так как в рамках единой выборки исходная структура и свойства у данных углей были примерно одинаковы, все отмеченные особенности характера их ТАЭ связаны с различной величиной воздействовавших на них температур. Вид термоакустограмм углей, испытанных при  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  показан рис. 2. При испытании на других температурах характер ТАЭ сохранялся, изменялся лишь уровень  $N_{\Sigma}^I$ .

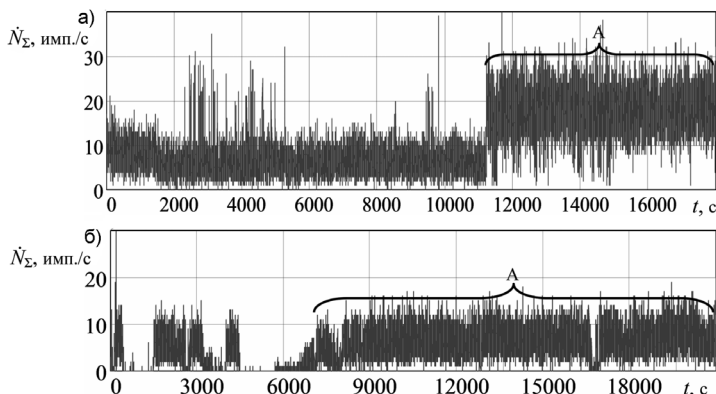


Рис. 2. Характерные экспериментальные зависимости активности  $\dot{N}_\Sigma$  ТАЭ от времени с начала эксперимента  $t$  у образцов каменного (а) и бурого (б)

На всех термоакустограммах выделяется область  $A$  возрастания значений  $\dot{N}_\Sigma$ , которые далее стабилизировались на некотором уровне, сохраняющемся до конца эксперимента или до разрушения (кускования) образца. Последнее во всех случаях сопровождалось резким изменением характера ТАЭ (см. рис. 3).

Очевидно, что в начале области  $A$  термические напряжения достигают значений, сопоставимых с пределом прочности горной породы. После этого интенсифицируется процесс дефектообразования, в ходе которого термическая стойкость и связанные с ней свойства объекта испытания снижаются практически по экспоненциальному закону вплоть до полного разрушения образца. При этом у изначально менее нарушенного угля уровень  $\dot{N}_\Sigma$  в этой области выше за счет большего количества не реализованных источников ТАЭ, т.е. сохранившихся до этого момента структурных связей.

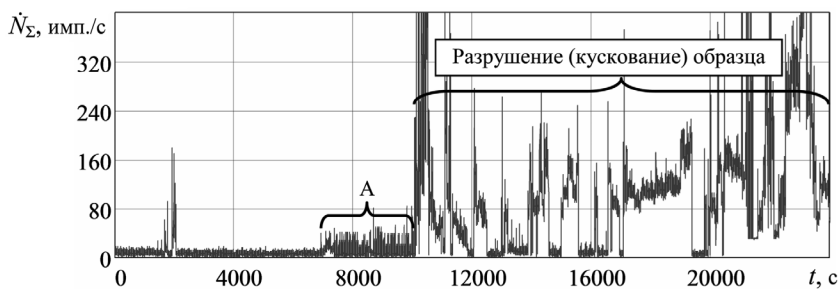


Рис. 3. Характерная зависимость активности  $\dot{N}_\Sigma$  ТАЭ от времени с начала нагрева  $t$  у образца, разрушившегося во время эксперимента

Таким образом, сравнивая у образцов одной выборки уровни  $\dot{N}_{\Sigma}$  в области  $A$  принципиально можно судить о том, какая часть их структурных связей была изначально устойчива настолько, что они разрушились только под действием критических термонапряжений. Однако на абсолютное значение  $\dot{N}_{\Sigma}$  также оказывают влияние форма, размер и структурная неоднородность образца. Причем известно, что из-за особенностей генезиса и прочностных свойств угля, из него крайне сложно изготовить одинаковые образцы правильной формы. Поэтому уровень  $\dot{N}_{\Sigma}$  следует нормировать к некоему безразмерному численному показателю, свободному от влияния особенностей каждого конкретного образца. Таким показателем ( $K$ ) служит отношение среднего значения активности ТАЭ  $M(\dot{N}_{\Sigma}^A)$  в области  $A$  к среднему значению активности ТАЭ  $M(\dot{N}_{\Sigma}^0)$  за время  $T^N$  неустановившегося температурного режима в камере печи. Такой режим соответствует нагреву от комнатной температуры до  $T_p$ , в ходе которого действуют относительно малые термонапряжения и становятся источниками ТАЭ преимущественно исходно слабые (нарушенные) структурные связи.

Структурная неоднородность, форма и размер образца в одинаковой мере влияют как на  $M(\dot{N}_{\Sigma}^A)$ , так и на  $M(\dot{N}_{\Sigma}^0)$ . Тогда величина  $K = M(\dot{N}_{\Sigma}^A) / M(\dot{N}_{\Sigma}^0)$  показывает степень устойчивости структуры угля – отношение количества прочных структурных связей, сохранившихся вплоть до возникновения в образце критических термонапряжений, и слабых структурных связей, разрушенных (ставших источниками ТАЭ) в ходе первичного термического нагружения за время  $T^N$ . Так как величина  $M(\dot{N}_{\Sigma}^A)$  в некоторой степени зависит от продолжительности области  $A$ , то расчет  $M(\dot{N}_{\Sigma}^A)$  следует выполнять относительно первых  $N$  секунд этой области, где  $N = T^N$  или до разрушения (кускования) образца.

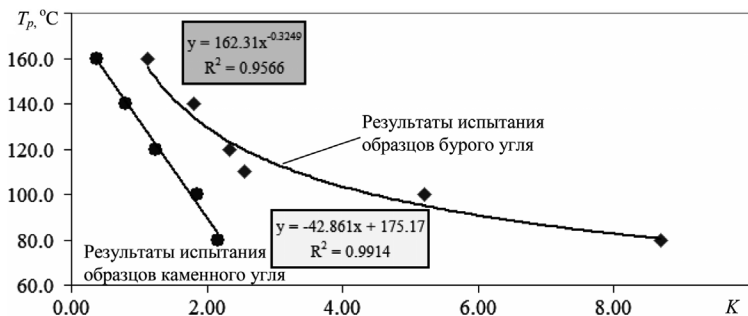


Рис. 4. Зависимость значений  $K$  от соответствующих температур  $T_p$  образцов

Корректность использования численного критерия  $K$  для оценки устойчивости структуры углей подтверждается приведенными на рис. 4 зависимостями, из которых следует наличие тесной связи между значением  $K$  и температурой нагрева (при прочих равных условиях) определяющей величину термических напряжений, а значит и интенсивность дефектообразования.

### Результаты испытаний образцов мерзлых углей

Характер термоакустограмм, полученных при испытании подвергавшихся заморозке и оттаиванию углей, аналогичен характеру термоакустограмм исходных углей. Соответствующие значения  $K$  показаны в виде графиков на рис. 5, каждая точка которых является осредненным результатом испытаний при  $T_p = 120^\circ\text{C}$  не менее чем 3-х образцов.

Бóльшие значения  $K$  у бурых углей объясняются тем, что это самый «молодой» вид угля, поэтому, в нем, по сравнению с каменным углем, больше целых структурных связей, являющихся потенциальными источниками ТАЭ. Однако прочность этих связей в буром угле ниже, чем в каменном. Сказанное следует из резкого снижения величины  $K$  у образцов бурого угля в ходе первых трех циклов термовоздействия и последующей стабилизации данного показателя. Это свидетельствует о том, что в подвергавшихся явлению криогенной дезинтеграции бурых углей происходит интенсивное ослабление структурных связей, которые уже после третьего цикла заморозки/оттаивания в значительной степени разрушаются и перестают быть потенциальными источниками ТАЭ.

В свою очередь, значения  $K$  у образцов каменного угля снижаются по закону, близкому к линейному. Это показывает, что процесс криогенной дезинтеграции протекает в стационарном режиме.

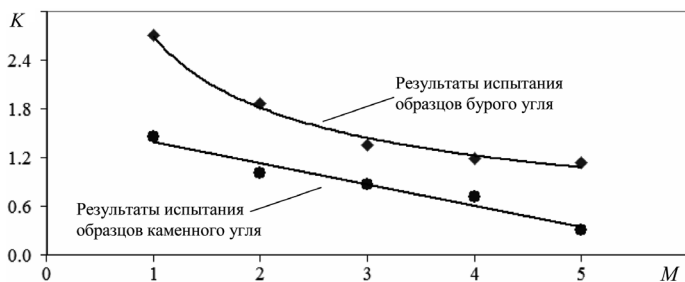


Рис. 5. Зависимость значений показателя  $K$  мерзлых каменных и бурых углей от количества ( $M$ ) воздействовавших на них циклов заморозки / оттаивания

Также при обработке результатов испытаний мерзлых углей использован такой параметр, как средняя длительность импульса  $D_{imp}^A$  ТАЭ, характеризующий уровень внутренних напряжений в объекте контроля. По мере возрастания напряжений происходит пропорциональное увеличение длительности импульсов. После достижения напряжениями значений, превышающих прочность геоматериала, происходит разрушение его структурных связей, после чего уровень напряжений и  $D_{imp}^A$  спадают. Отсюда следует, что сопоставив среднюю длительность импульса ТАЭ в начале области  $A$   $D_{imp}^A$  и при неустановившемся температурном режиме  $D_{imp}^0$  можно получить качественную оценку превышения величиной критических термических напряжений их начальной величины. Сведенные в таблицу результаты этой оценки также подтверждают низкую прочность структурных связей бурых углей, которые даже при ограниченном влиянии криогенной дезинтеграции не способны выдерживать криотермические нагрузки, тогда как у каменных углей прочность структурных связей при криотермическом воздействии снижается постепенно. Незначительные флуктуации значений  $D_{imp}^A / D_{imp}^0$  у бурого угля связаны с неоднородностью образцов. Отмеченная стабильность отношения  $D_{imp}^A / D_{imp}^0$  у бурых углей марки 2БР в независимости от степени их криогенной дезинтеграции принципиально может быть использована в качестве идентификационного признака данного типа углей.

## Выводы

Проведены сравнительные ТАЭ испытания представительных выборок исходных и подвергнутых циклическому замораживанию и оттаиванию образцов углей различных типов. Создано и отработано необходимое для корректного выполнения этих испытаний аппаратурно-методическое обеспечение, в частности модернизирована описанная в [9] лабораторная установка. Установлены характерные закономерности ТАЭ отклика углей марок 2БР и ДГ, позволяющие оценить степень устойчивости их структурных связей к явлению криогенной дезинтеграции, а также идентифицировать их принадлежность

### *Отношение $D_{imp}^A / D_{imp}^0$ у образцов мерзлых углей*

Количество циклов заморозки/оттаивания	I	II	III	IV	V
Каменный уголь, $D_{imp}^A / D_{imp}^0$	29,2	17,8	15,8	10,6	3,3
Бурый уголь, $D_{imp}^A / D_{imp}^0$	1,7	1,4	1,8	1,7	2,1

к одному из рассмотренных типов угля. Обоснован численный показатель, позволяющий оценивать степень криогенной нарушенности образцов ископаемых углей. Предложен методический подход для качественной оценки величины критических термонапряжений, сопоставимых с пределом прочности конкретной горной породы.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пашкин Е. М., Каган А. А., Кривоногова Н. Ф. Терминологический словарь-справочник по инженерной геологии / Под. ред. Е. М. Пашкина. — М.: КДУ, 2011. — 952 с.
2. Угли каменные. Метод определения окисленности. ГОСТ 8930-94 Hard coals. Method for determination of oxidation / Принят 01.01.1996.
3. Эпштейн С. А., Монгуш М. А., Нестерова В. Г. Методы оценки склонности углей к окислению и самовозгоранию // Горный информационно-аналитический бюллетень. — 2008. — № 12. — С. 211–216.
4. Shkuratnik V. L., Novikov E. A. Correlation of thermally induced acoustic emission and ultimate compression strength in hard rocks // Journal of Mining Science. — 2012. — no 48(4). — pp. 629–635.
5. Voznesenskii A. S., Shkuratnik V. L., Kutkin Ya. O. Dynamics of thermal and mechanical loading as a cause of acoustic emission in rock / Rock Dynamics and Applications – State of the Art: Proceedings of the 1st International Conference on Rock Dynamics and Applications, RocDyn-1 2013: 429–435, presented at the 1st International Conference on Rock Dynamics and Applications, RocDyn-1 2013, Lausanne; Switzerland.
6. Шкуратник В. Л., Новиков Е. А. Численная оценка предела длительной прочности статически напряженной каменной соли методом термостимулированной акустической эмиссии // Горный информационно-аналитический бюллетень. — 2014. — № 8. — С. 192–197.
7. Новиков Е. А., Шкуратник В. Л., Эпштейн С. А., Нестерова В. Г., Добрякова Н. Н. О возможности оценки окисленности угля по акустической эмиссии, стимулированной в нем термоударным воздействием // Горный информационно-аналитический бюллетень. — 2013. — № 8. — С. 90–96.
8. Кучурин С. В., Шкуратник В. Л., Винников В. А. Закономерности влияния помеховых факторов на термоэмиссионный эффект памяти в образцах угля // ФТПРПИ. — 2008. — № 2. — С. 21–28
9. Вознесенский А. С., Шкуратник В. Л., Вильямов С. В., Винников В. А. Установка для акустоэмиссионных исследований горных пород при их нагревании // Горный информационно-аналитический бюллетень. — 2007. — № 12. — С. 143–150. **ПЛАЭ**

#### КОРОТКО ОБ АВТОРАХ

*Шкуратник Владимир Лазаревич*<sup>1</sup> — доктор технических наук, профессор, e-mail: v.shkuratnik@misis.ru,  
*Новиков Евгений Александрович*<sup>1</sup> — доцент,  
e-mail: e.novikov@misis.ru,  
*Ошкин Р. О.*<sup>1</sup> — студент, e-mail: ftkp@mail.ru,  
<sup>1</sup> НИТУ «МИСиС».



UDC 622.  
(333+332):  
534.6:  
542.943

**V.L. Shkuratnik, E.A. Novikov, R.O. Oshkin**

## **EFFECT OF THE CRYOGENIC DISINTEGRATION PROCESS ON CHARACTERISTIC FEATURES OF THERMALLY STIMULATED ACOUSTIC EMISSION IN DIFFERENT TYPES OF COAL**

This paper describes the hardware and procedural guidelines for research of the cryogenic dis-integration process in fossil coals by the thermally stimulated acoustic emission method. The first set of results of this research is presented. The possibility of using thermally stimulated acoustic emission patterns for the assessment of the structural bonds stability in coals and the identification of their type on that basis has been shown.

Key words: cryothermal exposure, coals, identification, cryogenic disintegration, experiment, acoustic emission, structural bonds.

### **AUTHORS**

*Shkuratnik V.L.*<sup>1</sup>, Doctor of Technical Sciences, Professor, e-mail: v.shkuratnik@misis.ru,

*Novikov E.A.*<sup>1</sup>, Assistant Professor, e-mail: e.novikov@misis.ru,

*Oshkin R.O.*<sup>1</sup>, Student, e-mail: ftkp@mail.ru,

<sup>1</sup> National University of Science and Technology «MISiS», 119049, Moscow, Russia.

### **ACKNOWLEDGEMENTS**

The study has been supported by the Russian Foundation for Basic Research, Grant No. 160500033 A.

### **REFERENCES**

1. Pashkin E. M., Kagan A. A., Krivonogova N. F. *Terminologicheskii slovar'-spravochnik po inzhenernoy geologii*. Pod. red. E. M. Pashkina (Terminological dictionary for engineering geology, Pashkin E. M. (Ed.)), Moscow, KDU, 2011. 952 p.
2. *Ugli kamennye. Metod opredeleniya oksislennosti. GOST 8930-94* (Hard coals. Method for determination of oxidation. State Standart 8930-94), 01.01.1996.
3. Epshteyn S. A., Mongush M. A., Nesterova V. G. *Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten'*. 2008, no 12, pp. 211–216.
4. Shkuratnik V. L., Novikov E. A. Correlation of thermally induced acoustic emission and ultimate compression strength in hard rocks. *Journal of Mining Science*. 2012. no 48(4), pp. 629–635.
5. Voznesenskii A. S., Shkuratnik V. L., Kutkin Ya. O. Dynamics of thermal and mechanical loading as a cause of acoustic emission in rock. *Rock Dynamics and Applications State of the Art: Proceedings of the 1st International Conference on Rock Dynamics and Applications*, RocDyn-1 2013: 429–435, presented at the 1st International Conference on Rock Dynamics and Applications, RocDyn-1 2013, Lausanne; Switzerland.
6. Shkuratnik V. L., Novikov E. A. *Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten'*. 2014, no 8, pp. 192–197.
7. Novikov E. A., Shkuratnik V. L., Epshteyn S. A., Nesterova V. G., Dobryakova N. N. *Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten'*. 2013, no 8, pp. 90–96.
8. Kuchurin S. V., Shkuratnik V. L., Vinnikov V. A. *Fiziko-tehnicheskiye problemy razrabotki poleznykh iskopayemykh*. 2008, no 2, pp. 21–28
9. Voznesenskii A. S., Shkuratnik V. L., Vil'yamov S. V., Vinnikov V. A. *Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten'*. 2007, no 12, pp. 143–150.