УДК 622.7

С.Д. Викторов, А.И. Тюрин, А.Н. Кочанов, А.В. Шуклинов, Т.С. Пирожкова, И.А. Шуварин

ИССЛЕДОВАНИЕ ТВЕРДОСТИ И ВЯЗКОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ОТДЕЛЬНЫХ ФАЗ И МЕЖФАЗНЫХ ГРАНИЦ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДАМИ МИКРО- И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ*

Рассмотрены результаты применения метода микро- и наноиндентирования для исследования процессов локального деформирования и разрушения поверхности ряда горных пород (железистые кварциты, гранит, мрамор, змеевик, антрацит, песчаник). С помощью этого метода в широком диапазоне глубин отпечатка (*h* от 10 нм до 50 мкм) определены числовые значения твердости и модуля Юнга всех исследованных образцов горных пород. Исследовано влияние масштабного фактора (глубины отпечатка) на значения твердости и модуля Юнга и выявлены немонотонные зависимости твердости отдельных минеральных компонентов исследованных образцов горных пород в микро- и наношкале. Установлено, что твердость отдельных минеральных фаз закономерно возрастает с уменьшением глубины отпечатка вплоть до 60–120 нм, в зависимости от вида образца горной породы и типа фазы, а затем начинает падать. Определены значения коэффициента вязкости разрушения, отдельных минеральных фаз и межфазных границ срастания различного типа. Показано, что наибольшую величину коэффициента вязкости разрушения имеет гематит в железистых кварцитах, а наименьшую – антрацит. Наиболее прочными границами являются границы срастания минеральных компонентов железистых кварцитов, а наименьшими – границы срастания отдельных фаз в антраците.

Ключевые слова: горная порода, локальное разрушение, микро- и наноиндентирование, физико-механические свойства, твердость породообразующих минералов, локальный модуль Юнга, структура.

* Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 14-05-00446-а). Исследование процессов трещинообразования и разрушения при индентировании выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 15-19-00181).

ISSN 0236-1493. Горный информационно-аналитический бюллетень. 2016. № 12. С. 222–224.
© 2016. С.Д. Викторов, А.И. Тюрин, А.Н. Кочанов, А.В. Шуклинов, Т.С. Пирожкова, И.А. Шуварин.

Закономерности протекания одного из основных технологических процессов горного производства – разрушения массива горных пород, осуществляемого в промышленном масштабе буровзрывным или механическим способами, определяются прочностными и деформационными характеристиками, важными показателями которых являются твердость, модуль Юнга, вязкость разрушения [1]. Показатель твердости представляет собой прочностную характеристику, но в отличие от пределов прочности, характеризующих сопротивление горных пород объемному разрушению, твердость отражает сопротивляемость поверхностных слоев горный пород местному воздействию. Различают агрегатную твердость горных пород и твердость отдельных минералов, слагающих горную породу. Агрегатная твердость горной породы больше влияет на скорость бурения, а твердость отдельных минералов определяет износ разрушающего или обрабатывающего инструмента.

Для определения агрегатной твердости горных пород разработан и традиционно используется ряд методов и шкал определения агрегатной твердости горных пород Шрейнера, Мооса и др. [2]. С появлением нового класса оборудования простейший прием измерения твердости как отношения силы вдавливания индентора в материал к площади его отпечатка превратился в метод, позволяющий изучать деформационные и прочностные характеристики микрообластей различных материалов [2–9]. Метод микро- и наноиндентирования характеризуется не только малыми усилиями нагрузок, но в отличие от обычных испытаний, подразумевающих единичное определение твердости по величине отпечатка индентора, предполагает оценку возникающего усилия и глубины проникновения с нанометровым разрешением, как при внедрении индентора в поверхность материала, так и при его обратном движении, т.е. осуществляется непрерывной мониторинг в реальном времени кинетики погружения индентора известной геометрии в поверхность исследуемого материала под действием заданной по величине силы нагружения. Анализ получаемой в результате такого испытания диаграммы нагружения, аналогичной традиционной для одноосного сжатия диаграмме «напряжение-деформация» дает возможность оценки более десяти механических характеристик, в том числе оценить твердость, модуль Юнга и вязкость разрушения в микро- и нанообъеме.

Цель работы заключалась в оценке структурных и физико-механических свойств (*H, E* и др.) поверхностей сложных мно-

гофазных материалов и их отдельных фаз (зерен отдельных минералов); исследовании влияния на них масштабного фактора (размера зоны деформирования и величины приложенной нагрузки); а также определении коэффициента вязкости разрушения отдельных фаз и межфазных границ срастания на примере ряда горных пород (железистые кварциты, гранит, мрамор, змеевик, антрацит, песчаник) в микро- и наношкале.

Анализ микроструктуры исследуемых образцов показывает, что их характерный структурный размер, как правило, составляет не более нескольких десятков или сотен микрон (рис. 1), что требует проведения исследования характера разрушения отдельных фаз и особенно их границ срастания на микро- и наноуровне. При этом определение вязкости разрушения отдельных фаз и межфазных границ срастания стандартными методами практически невозможно, поскольку нельзя приготовить образцы, удовлетворяющие всем требованиям, зафиксированным в стандартах для определения критического коэффициента интенсивности напряжений K_{1c}.

Исследования проводили методами микро- и наноиндентирования, которые позволяют определять и характеризовать прочностные свойства (твердость – H, модуль Юнга – E, коэффициент вязкости разрушения – K_c и др.) поверхностей и тонких слоев материала в очень локализованной области и связывать их со структурой материала.

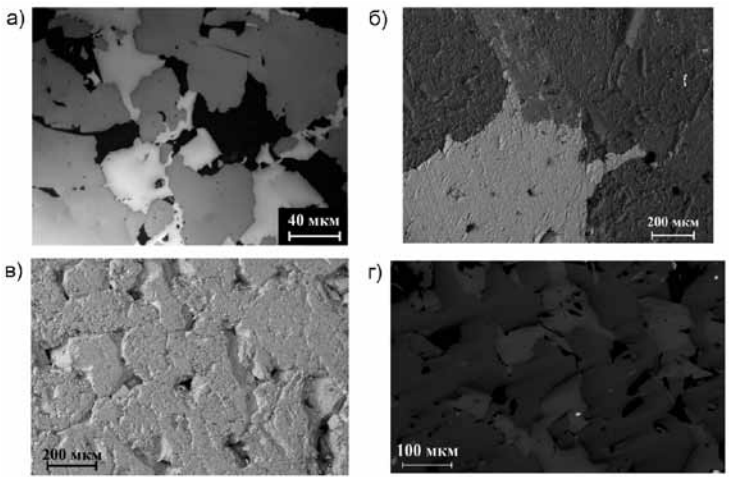

Рис. 1. Изображение поверхности и микроструктуры образцов горных пород: а) железистый кварцит; б) гранит; в) песчаник; г) антрацит

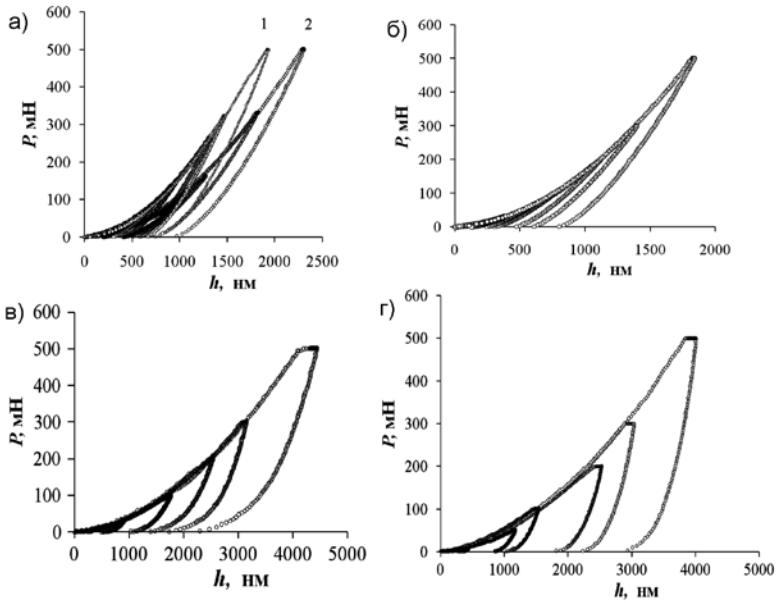

Рис. 2. Типичные P(h) диаграммы для ряда исследованных материалов: а) гранит: 1 – кварц, 2 – полевой шпат; б) песчаник; в) змеевик; г) мрамор

Измерение *H* и *E* в макро-, микро- и наношкале проводили на твердомерах Duramin A300 фирмы Struers (Дания), комбинированном динамическом нано- и микроиндентометре (DNT-3M) собственной разработки коллектива НОЦ «Нанотехнологии и наноматериалы» ТГУ имени Г.Р. Державина и трибонаноиндентометре Ti-950 фирмы Hysitron (США) с использованием трехгранного алмазного индентора Берковича. Величина прикладываемой нагрузки *P* варьировалась в диапазоне от 1 мкН до 500 мН. Значения *H* и *E* определяли по методике Оливера-Фара [4] из характерных *P*(*h*) диаграмм (рис. 2).

Исследования влияния масштабного фактора на величины твердости *H* и модуля Юнга *E* минеральных компонентов железистого кварцита показано на рис. 3. Из полученных данных следует, что по мере увеличения глубины проникновения индентора наблюдается уменьшение твердости, и эта тенденция наблюдается для всех минеральных компонентов (рис. 3, *а*). В макрообласти ($h \geq 20–50$ мкм) масштабный фактор в твердости *H* практически отсутствует ($H = \text{const}$). Для фазы магнетита масштабный фактор проявляется в интервале глубин отпечатка *h* (от 80 нм и по меньшей мере до 8–9 мкм), а для фазы гема-

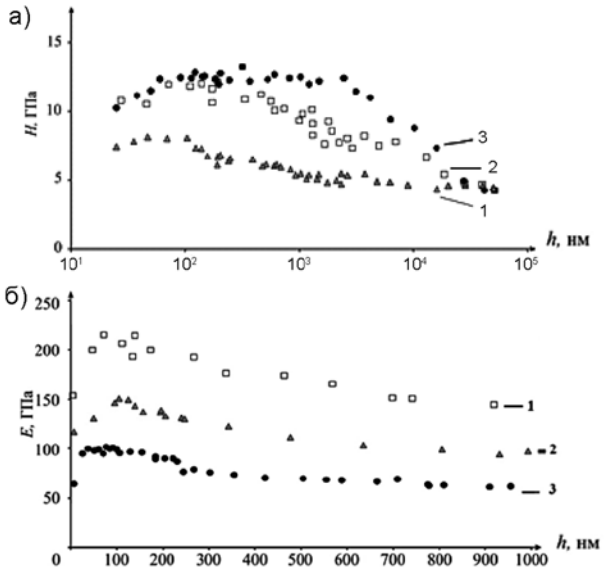

Рис. 3. Зависимость твердости H (а) модуля Юнга E (б) от глубины отпечатка h для минеральных компонентов железистых кварцитов: 1 – гематит, 2 – магнетит, 3 – кварц

тита – от 100 нм до 20 мкм. Для кварца в широком диапазоне *h* (от 70 нм до нескольких мкм) наблюдается участок имеющий *H* = const. С увеличением глубины внедрения происходит также уменьшение значений модуля Юнга для всех породообразующих минералов вплоть до глубины внедрения 200–300 нм, затем, при дальнейшем увеличении глубины внедрения, значения модуля Юнга остаются неизменными (рис. 3, *б*). Аналогичные данные по влиянию масштабного фактора на *H* и *E* других исследованных образцов и их минеральных компонентов показаны на рис. 4.

Масштабный эффект, т.е. влияние глубины внедрения индентора на деформационные характеристики, в общем виде может быть обусловлен целым рядом причин. Так, обычно полагают, что в области характерных размеров 0,1–10 мкм масштабный эффект обусловлен невыполнением закона подобия, с неоднородностью поверхностных слоев исследуемых образцов и другими факторами, например, характерными размерами внутренней структуры (средний размер отдельных фаз в многофазных материалах, зерна в поликристаллах или субзернах, ячеек в дислокационной структуре; толщина пленки или период сверхрешетки

мультислойного покрытия, объем деформированной области и т.д.) или сменой доминирующих микромеханизмов пластической деформации под индентором [2, 5–7].

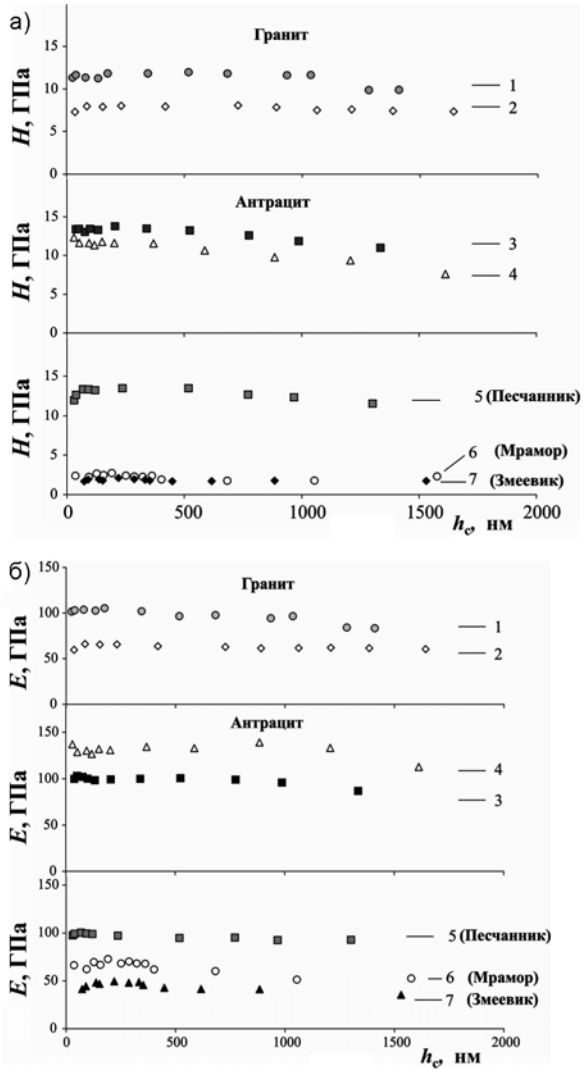

Рис. 4. Зависимость твердости H (а) модуля Юнга E (б) от глубины отпечатка h для отдельных минеральных компонентов ряда исследованных образцов: кварц (1), полевой шпат (2) в граните; (3) и (4) включения в антраците; песчаник (5); мрамор (6); змеевик (7)

Исследование хрупкого разрушения и определение параметра вязкости разрушения (критического коэффициента интенсивности напряжения K_c) в локальной области проводится при

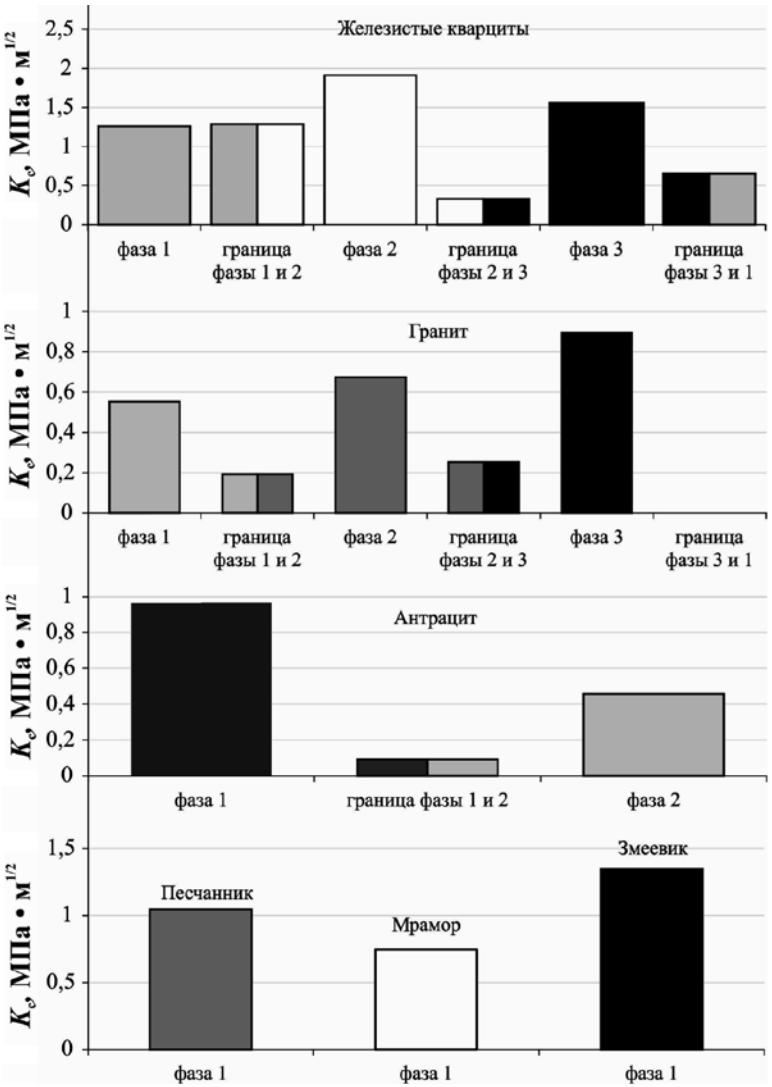

Рис. 5. Значения коэффициента вязкости разрушения K_c для отдельных минералов и по границам срастания их зерен: магнетит (1), гематит (2), кварц (3) в железистом кварците; плагиоклаз (1), полевой шпат (2), кварц (3) в граните; включения (1) и (2) в антраците; песчаник; мрамор; змеевик

условии выполнения ряда критериев по величине приложенной нагрузки и размеру образующихся трещин в области индентирования.

Для всех отдельных минеральных компонентов исследованных образцов горных пород определены коэффициенты вязкости разрушения K_c. Полученные значения представлены на рис. 5. Можно отметить, что числовые значения K_c зависят от вида исследованного материала, типа фазы и границы срастания. Так, например, исследования величины K_c для железистых кварцитов показывают на довольно низкую вязкость разрушения границ срастания кварц-магнетит и кварц-гематит (K_c соответственно 0,68 и 0,38 MPa $\cdot\, m^{1/2}$) (рис. 5). Полученные значения примерно 2–3 раза меньше, чем у отдельных фаз или границ срастания магнетит-гематит. Сравнение трещиностойкости отдельных минеральных компонентов исследованных образцов показывает, что наибольшую величину K_c имеет в железистых кварцитах гематит, а наименьшую – антрацит. Наиболее прочными границами являются границы срастания минеральных компонентов железистых кварцитов, а наименьшими – границы срастания в антраците (рис. 5).

Таким образом, в работе в широком диапазоне глубин отпечатка (h от 10 нм до 50 мкм) определены значения твердости и модуля Юнга для образцов ряда горных пород (железистые кварциты, гранит, мрамор, змеевик, антрацит, песчаник). Исследовано влияние масштабного фактора (глубины отпечатка) на значение величин H и E и выявлены немонотонные зависимости твердости отдельных минеральных компонентов исследованных образцов горных пород в микро- и наношкале. Установлено, что H отдельных минеральных фаз закономерно возрастает с уменьшением глубины отпечатка вплоть до 60–120 нм, в зависимости от типа горной породы и слагающих ее минералов, а затем начинает падать. Определены K_c, отдельных минеральных фаз и межфазных границ срастания различного типа. Показано, что наибольшую величину K_c имеет минеральная фаза гематита в железистых кварцитах, а наименьшую – антрацит. Наиболее прочными границами являются границы срастания минеральных компонентов железистых кварцитов, а наименьшими – границы срастания отдельных включений в антраците.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Трубецкой К. Н.*, *Потапов М. Г.*, *Виницкий К. Е.*, *Мельников Н. Н. и др.* Открытые горные работы. Справочник. – М.: Горное бюро, 1994.

2. *Головин Ю. И.* Наноиндентирование и его возможности. – М.: Машиностроение. 2009. – 312 с.
3. *Bhushan B.* Springer Handbook of Nanotechnology. Berlin: Springer. 2010. 1968 p.
4. *Oliver W. C.*, *Pharr G. M.* // J. Mater. Res. 2004. V. 19. No. 1. P. 3–20.
5. *Головин Ю. И.*, *Тюрин А. И.* // Известия РАН. Серия физическая. – 1995. – Т. 59. – № 10. – С. 49–54.
6. *Головин Ю. И.*, *Тюрин А. И.*, *Хлебников В. В.* // Журнал Технической Физики. – 2005. – Т. 75. – № 4. – С. 91–95.
7. *Головин Ю. И.*, *Тюрин А. И.* // Материаловедение. – 2001. – № 1. – С. 14–28.
8. *Бунин И. Ж.*, *Чантурия В. А.*, *Анашкина Н. Е.*, *Рязанцева М. В.* // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. – 2015. – № 4. – С. 130–142.
9. *Викторов С. Д.*, *Головин Ю. И.*, *Кочанов А. Н.*, *Тюрин А. И. и др.* // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. – 2014. – № 4. – С. 46–54. ГИАБ

КОРОТКО ОБ АВТОРАХ

Викторов Сергей Дмитриевич[1] – доктор технических наук, профессор, заместитель директора по научной работе, e-mail: victorov_s@mail.ru,
Тюрин Александр Иванович[2] – кандидат физико-математических наук, доцент, заместитель директора по НИР, e-mail: tyurin@tsu.tmb.ru,
Кочанов Алексей Николаевич[1] – кандидат технических наук, старший научный сотрудник, e-mail: kochanov@mail.ru,
Шуклинов Алексей Васильевич[2] – кандидат физико-математических наук, научный сотрудник, e-mail: tambovbest@yahoo.com,
Пирожкова Татьяна Сергеевна[2] – аспирант, e-mail: t-s-pir@ya.ru,
Шуварин Иван Александрович[2] – аспирант, e-mail: shuvarinivan@rambler.ru,
[1] Институт проблем комплексного освоения недр РАН,
[2] Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, НОЦ «Нанотехнологии и наноматериалы».

Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten'. 2016. No. 12, pp. 222–224.

UDC 622.7

S.D. Viktorov, A.I. Tyurin, A.N. Kochanov, A.V. Shuklinov, T.S. Pirozhkova, I.A. Shuvarin

METHODS MICRO AND NANOINDENTIROVANIYE FOR AN ASSESSMENT OF STRUCTURAL AND PHYSIC-MECHANICAL PROPERTIES OF MULTIPHASE MATERIALS ON THE EXAMPLE OF ROCKS

The results of the application of micro- and nanoindentation technique for studying the processes of local deformation and fracture surface of a number of rocks (ferruginous quartzite, granite, marble, serpentine, hard coal, sandstone). With this method, a wide range of depths indentation (h from 10 nm to 50 μm) defined by the numerical values of hardness

and Young's modulus of all the samples of rock. The influence of the scale factor (indentation depth) on the hardness and Young's modulus and hardness of the identified non-monotonic dependence of the individual mineral components studied rock samples in micro- and nanoscale. It is found that the hardness of individual mineral phases naturally increases with decreasing indentation depth up to 60 – 120 nm, depending on the type of rock sample, and the type of phase, and then begins to fall. The values of the coefficient of fracture toughness, individual mineral phases and interphase boundaries fusion of various types. It is shown that the highest value of the coefficient of fracture toughness is in hematite zhilezistyh quartzites and the lowest – anthracite. Most strong boundaries are the boundaries of fusion of the mineral components of ferruginous quartzites and the lowest – border fusion of the individual phases in anthracite.

Key words: rocks, local destruction, micro and nanoindentation, physical and mechanical properties, the hardness of the rock-forming minerals, the local Young's modulus, the structure.

AUTHORS

Victorov S.D.[1], Doctor of Technical Sciences, Professor,
Deputy Director on Scientific Work, e-mail: victorov_s@mail.ru,
Tyurin A.I.[2], Candidate of Physical and Mathematical Sciences,
Assistant Professor, Deputy Director on Research Work,
e-mail: tyurin@tsu.tmb.ru,
Kochanov A.N.[1], Candidate of Technical Sciences,
Senior Researcher, e-mail: kochanov@mail.ru,
Shuklinov A.V.[2], Candidate of Physical and Mathematical Sciences,
Researcher, e-mail: tambovbest@yahoo.com,
Pirozhkova T.S.[2], Graduate Student, e-mail: t-s-pir@ya.ru,
Shuvarin I.A.[2], Graduate Student, e-mail: shuvarinivan@rambler.ru,
[1] Institute of Problems of Comprehensive Exploitation of Mineral Resources
of Russian Academy of Sciences, 111020, Moscow, Russia,
[2] G.R. Derzhavin Tambov State University,
NanoCenter «Nanotechnology and Nanomaterials», 392000, Tambov, Russia.

ACKNOWLEDGEMENTS

The study has been supported by the Russian Foundation for Basic Research, Project No. 140500446a. The indentation fracture and failure testing has been supported by the Russian Science Foundation, Project No. 151900181.

REFERENCES

1. Trubetskoy K. N., Potapov M. G., Vinitskiy K. E., Mel'nikov N. N. *Otkrytye gornye raboty*. Spravochnik (Open-pit mining. Guide), Moscow, Gornoe byuro, 1994.
2. Golovin Yu. I. *Nanoindentirovanie i ego vozmozhnosti* (Nanoindentation and its possibilities), Moscow, Mashinostroenie. 2009, 312 p.
3. Bhushan B. *Springer Handbook of Nanotechnology*. Berlin: Springer. 2010. 1968 p.
4. Oliver W. C., Pharr G. M. J. *Mater. Res.* 2004. V. 19. No. 1. P. 3–20.
5. Golovin Yu. I., Tyurin A. I. *Izvestiya RAN. Seriya fizicheskaya*. 1995, vol. 59, no 10, pp. 49–54.
6. Golovin Yu. I., Tyurin A. I., Khlebnikov V. V. *Zhurnal Tekhnicheskoy Fiziki*. 2005. vol. 75, no 4, pp. 91–95.
7. Golovin Yu. I., Tyurin A. I. *Materialovedenie*. 2001, no 1, pp. 14–28.
8. Bunin I. Zh., Chanturiya V. A., Anashkina N. E., Ryazantseva M. V. *Fiziko-tekhnicheskie problemy razrabotki poleznykh iskopaemykh*. 2015, no 4, pp. 130–142.
9. Viktorov S. D., Golovin Yu. I., Kochanov A. N., Tyurin A. I. *Fiziko-tekhnicheskie problemy razrabotki poleznykh iskopaemykh*. 2014, no 4, pp. 46–54.