

PASC: 81.40.Lm, 83.10.Bb, 83.80.Nb, 81.40.Vw

Т.А. Василенко, А.К. Кириллов, В.В. Слюсарев

## ИССЛЕДОВАНИЕ ИЕРАРХИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ИСКОПАЕМЫХ УГЛЕЙ МЕТОДОМ ПРЕССОВАНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛНОЙ ПОРИСТОСТИ

Статья поступила в редакцию 26 марта 2015 года

*Приведены результаты одноосного деформирования угольных образцов до максимальной нагрузки 1.2 GPa. В рамках модели гетерогенной пористой среды получены значения коэффициентов внутреннего трения и сдвигового сцепления для последовательных стадий деформирования. Показано, что образцы из выбросоопасных угольных пластов отличаются по своим характеристикам от образцов из угрожаемых пластов. Используемый метод позволяет определить полную пористость образцов и значение плотности твердой матрицы пористой среды. Вычислена закрытая пористость для исследованных образцов, составляющая основную часть объема полной пористости.*

**Ключевые слова:** деформирование, пористость, внутреннее трение, ископаемый уголь, установка трехкомпонентного сжатия

*Наведено результати одновісного деформування вугільних зразків до максимального навантаження 1.2 GPa. У рамках моделі гетерогенного пористого середовища отримано значення коефіцієнтів внутрішнього тертя та зсувного зчеплення для послідовних стадій деформування. Показано, що зразки з викидонебезпечних вугільних пластів відрізняються за своїми характеристиками від зразків із загрозливих пластів. Метод, що був використаний, дозволяє визначити повну пористість зразків і значення щільності твердої матриці пористого середовища. Обчислено закрити пористість, яка становить основну складову частину об'єму повної пористості, для зразків, що досліджувалися.*

**Ключові слова:** деформація, пористість, внутрішнє тертя, викопне вугілля, установка трикомпонентного стиснення

### 1. Введение

Изучение физико-механических свойств ископаемого угля при высоких давлениях остается актуальной задачей. Методы гидростатического и неравнокомпонентного воздействия позволяют исследовать структуру неоднородной среды углей, механизмы деформирования и разрушения образцов угля в процессе нагружения.

Одной из особенностей изменения плотности при одноосном сжатии образцов является многостадийность, характеризующаяся скачкообразным изменением плотности на различных этапах прессования. Такое поведение кривой нагружения определяется изменением внутренней структуры материала. Подобная многостадийность была обнаружена для бурых и каменных углей в [1,2]. Она выражалась в изменении наклона кривой в графическом представлении зависимости относительной плотности от давления прессования. Согласно [3] каждая стадия характеризуется относительной интенсивностью процессов разрушения и проскальзывания отдельных частиц – конгломератов, порошковых и структурно-неоднородных образцов.

Отмеченные выше характерные особенности структурных изменений угольного вещества получены в экспериментах по одноосному деформированию образца до нагрузок 2 GPa [4]. Из кривых нагружения, представленных в специальных координатах, удается проследить последовательность смены механизмов деформирования и, в конечном счете, оценить объем пустот в пористых средах. Поэтому основной целью нашего исследования является определение полной пористости ископаемых углей Донецкого бассейна. Получены также значения коэффициентов внутреннего трения и сдвигового сцепления на всех стадиях деформирования образцов.

## 2. Основы метода

При изучении процесса прессования нанопорошков согласно теории прессования порошковых материалов предполагается [3], что уплотнение частиц происходит за счет двух механизмов – относительного проскальзывания и поворота, а также за счет дробления. Тогда величина предела интенсивности касательных напряжений может быть оценена по формуле, используемой в теории сыпучих сред:

$$\tau_0 = K + \alpha P, \quad (1)$$

где  $K$  – коэффициент сдвигового сцепления,  $\alpha$  – коэффициент внутреннего трения. В отличие от металлов, где относительная плотность  $\rho = \rho'/\rho_k \rightarrow 1$  при увеличении давления прессования  $P \rightarrow \infty$ , в порошковых материалах эта величина стремится к некоторому максимальному значению относительной плотности, которая меньше единицы.

Каждая стадия уплотнения характеризуется своими значениями коэффициентов  $K$  и  $\alpha$ , которые можно определить из линейных уравнений вида

$$Y = \alpha_i + K_i X, \quad (2)$$

где  $X = \frac{1}{P}$ ,  $Y = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\sqrt{1-\rho}}{\rho^2}$ . В этих координатах кривая уплотнения выглядит в виде ломаной, каждое звено которой соответствует определенной стадии деформирования.

Данную модель можно распространить применительно к пористым материалам, обладающим неоднородной структурой матрицы [5]. В обоих случаях условие пластичности при деформировании образца задается уравнением

$$\frac{P^2}{\Psi(\theta)} + \frac{\tau^2}{\varphi(\theta)} = (1-\theta)\tau_0^2, \quad (3)$$

где  $\Psi(\theta)$  и  $\varphi(\theta)$  – функции пористости  $\theta$ ;  $\tau$ ,  $\tau_0$  – интенсивность девиатора напряжения пористой среды и твердой матрицы.

Теория, представленная выше, позволяет определять изменение пористости образцов угля при их деформировании одноосным сжатием. Исходными данными являются кривые деформации образцов углей в виде размельченной фракции или цельного цилиндрического образца в различных вариантах: длина, объем или плотность образца как функции величины одноосного нагружения  $\{L(P), V(P), \rho'(P)\}$ .

### 3. Методика выполнения анализа

Рассмотренная выше методика определения коэффициентов  $\alpha$  и  $K$  была нами использована на основе кривых нагружения, полученных при одноосном прессовании образцов каменного угля в интервале давлений до 1.25 ГПа [6]. В настоящей работе приводятся результаты исследования для углей Центрального Донбасса, полученных из различных шахт государственных предприятий (ГП) «Макеевуголь» и «Артемуголь». Цилиндрические образцы диаметром  $1.2 \cdot 10^{-2}$  м помещались в камеру высокого давления (КВД), созданную в ИФГП [1,4]. Основными параметрами конструкции являются внутренний диаметр  $d = 1.2 \cdot 10^{-2}$  м, наружный диаметр  $D = 3.1 \cdot 10^{-2}$  м и длина рабочей части  $l = 8.0 \cdot 10^{-2}$  м.

Главное отличие использованной в работе КВД от конструкций других авторов состоит в том, что камера работает в упругой области во всем диапазоне прикладываемых давлений. Это позволяет устранить ошибки и погрешности, связанные с пластической деформацией канала камеры под давлением. В отличие от предшествующих экспериментов в данной работе представлены результаты деформирования угольных образцов, полученных одноосным деформированием с помощью установки неравнокомпонентного трехосного сжатия (УНТС), созданной в ИФГП НАНУ [7,8].

Современный модернизированный вариант УНТС позволяет в автоматическом режиме осуществлять вывод данных (размер образца по осям  $x$ ,  $y$ ,  $z$ ) в зависимости от давления прессования вдоль соответствующих направлений:  $P_x$ ,  $P_y$ ,  $P_z$  (рис. 1). При известной массе образца  $m$  и диаметре камеры  $d$  все данные были представлены в значениях плотности  $\rho_i$  ( $\text{kg/m}^3$ ). На рис. 2,а показана экспериментальная кривая нагружения для одного из образцов. Полное количество точек достигает 2000 в интервале от минимального до максимального нагружения 1.2 ГПа.



Рис. 1. Установка неравнокомпонентного трехосного сжатия

В соответствии с теорией, представленной выше, необходимо перейти к относительной плотности  $z = \rho_i/\rho_k$ , где  $\rho_i$  и  $\rho_k$  – плотность образца при данном значении давления одноосного нагружения и плотность матрицы угля (т.е. без пор):

$$z_i = \frac{\rho_i}{\rho_k} = \left( \frac{\rho_i - \rho_0}{\rho_0} + 1 \right) \frac{\rho_0}{\rho_k}, \quad (4)$$

где  $\rho_0$  – начальная (кажущаяся) плотность. После перехода в систему координат  $X, Y$  зависимость изменения плотности от давления нагружения преобразуется к виду, представленному на рис. 2,б. Кажущаяся плотность углей определялась пикнометрическим методом согласно [9] по 5 или 6 измерениям. Погрешность определения  $\rho_0$  составила  $\pm 1.0 \text{ kg/m}^3$ .

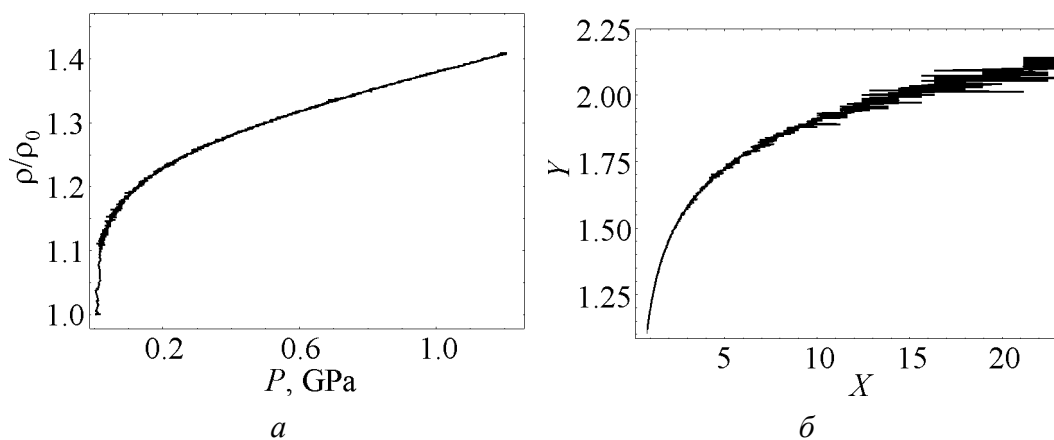


Рис. 2. Кривая нагружения для образца № 2: а – исходная, нормированная на плотность  $\rho_0$ ; б – в координатах  $X, Y$

Основным параметром, от которого зависят значения пористости при деформировании углей, является плотность угольной матрицы  $\rho_k$ . Даже при нагружении  $P = 2$  GPa полная пористость не ликвидируется. Определить  $\rho_k$  удастся с большей надежностью, если деформировать образец при достаточно высокой температуре, когда пластичность материала увеличивается (или предел упругости уменьшается). Подобная процедура, проделанная для кривой уплотнения образцов при различных температурах, позволила найти теоретическое значение  $\rho_k$ , которое можно принять за значение плотности без пор [5,6]. При известных значениях  $\rho_0$  и  $\rho_k$  можно определить пористость образца угля на любой стадии уплотнения.

#### 4. Определение пористости

Если известна плотность  $\rho_k$ , то относительная пористость образцов будет равна  $\theta = V_p/V$ , где  $V_p$ ,  $V$  – объемы соответственно пор и образца, поскольку масса последнего остается неизменной в процессе уплотнения,  $m = V\rho = V_k\rho_k = \text{const}$ . Поэтому пористость связана с относительной плотностью выражением

$$\theta = \frac{V_p}{V} = \frac{V - V_k}{V} = 1 - \frac{V_k}{V} = 1 - \frac{\rho}{\rho_k}. \quad (5)$$

Если известны значения плотности до нагружения и  $\rho_k$ , то максимальная (полная) пористость образца будет равна  $\theta_0 = 1 - \rho_0/\rho_k$ .

Деформирование цилиндрических образцов осуществляли с помощью УНТС. После определения кажущейся плотности  $\rho_0$  проводили нормировку измеренных значений плотности к плотности  $\rho_k$  и вычисляли пористость согласно выражению (5). Один из вариантов изменения пористости  $\theta$  в процессе нагружения образца показан на рис. 3. Как следует из рисунка, на достаточно большом интервале давлений нагружения  $P > 0.4$  GPa наблюдается экспоненциальная зависимость вида  $\theta = \theta_0 \exp(-aP)$ . Однако на более

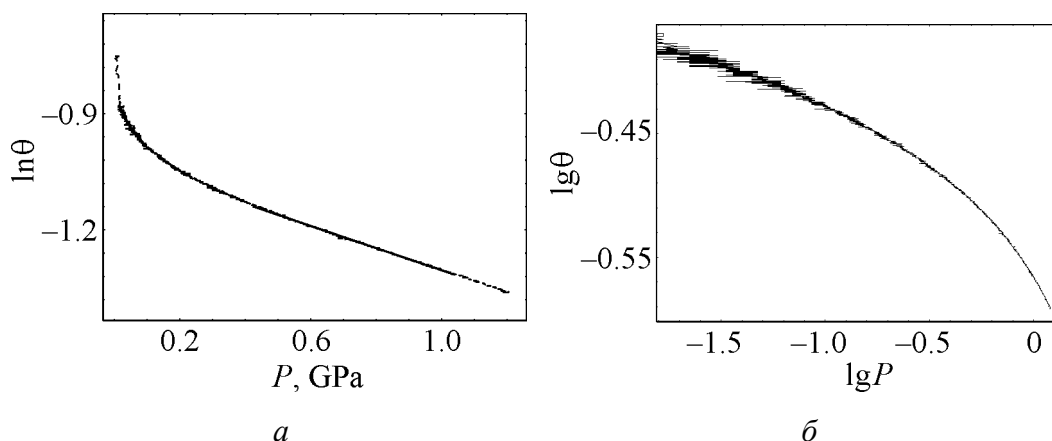


Рис. 3. Изменение пористости для образца № 2 в полулогарифмических (а) и двойных логарифмических (б) координатах

ранних стадиях деформирования возможна аппроксимация степенной зависимостью  $\theta = \theta_0 P^{-b}$ . Наиболее надежная аппроксимация возможна, если представить экспериментальные кривые для пористости в виде суммы двух экспоненциальных функций. Полный набор данных для партии образцов (13 образцов) представлен в табл. 1.

Таблица 1  
Основные данные, полученные при одноосном деформировании угольных образцов

№ образца	Марка угля	$\rho_0, 10^{-3} \text{ kg/m}^3$	Полная пористость $\theta$	Открытая пористость	$\rho_k, 10^{-3} \text{ kg/m}^3$
1	ОС	1.299	0.220	0.022	1.665
2	ОС	1.273	0.220	0.034	1.632
3	ОС	1.335	0.240	0.061	1.756
4	Г	1.293	0.290	0.068	1.821
5	К	1.262	0.304	0.101	1.813
6	ОС	1.295	0.232	0.094	1.686
7	К	1.356	0.235	0.049	1.772
8	К	1.313	0.153	0.051	1.550
9	ОС	1.325	0.187	0.143	1.630
10	ОС	1.339	0.194	0.027	1.661
11	К	1.288	0.227	0.058	1.667
12	Ж	1.290	0.178	0.029	1.885
13	Д	1.220	0.241	–	1.607

Для вычисления плотности матрицы угля использовалась формула  $\rho_k = \frac{\rho_0}{1-\theta}$ .

Для всех исследованных углей можно оценить остаточную пористость при максимальном нагружении до 1.2 GPa. Согласно данным табл. 1 она изменяется в пределах 6–14%.

### 5. Определение коэффициентов внутреннего трения и сдвигового сцепления

Основная цель исследования процесса деформирования угольных образцов – определение параметров: коэффициента внутреннего трения  $\alpha$  и коэффициента сдвигового сцепления  $K$ . Поэтому для каждого образца были построены графики деформационных кривых в координатах  $Y, X$  (см. рис. 3,б).

В отличие от кривых нагружения для порошковых материалов, эта кривая не имеет явно выраженных линейных отрезков, соответствующих одному значению тангенса угла наклона кривой к оси абсцисс. Тем не менее в координатах  $Y, X$  удалось аппроксимировать отрезки кривой линейными уравнениями вида (2), коэффициенты которых дают значения  $K_i$  и  $\alpha_i$ . Данные для одного из исследованных образцов представлены в табл. 2.

Таблица 2

**Значения коэффициентов  $K$  и  $\alpha$  для различных этапов деформирования каменного угля марки шахты Ясиновская-Глубокая ГП «Макеевуголь»**

№ этапа	$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа	№ этапа	$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа
1	43–62	1.88	10.0	6	298–384	1.29	95.5
2	67–89	1.72	18.8	7	435–667	1.10	177
3	100–139	1.61	30.1	8	714–909	0.881	328
4	169–238	1.46	52.8	9	1020–1060	0.790	413
5	244–278	1.35	78.8	10	1040–1200	0.675	537

Для исследованных образцов во всем интервале изменения нагрузений коэффициент внутреннего трения изменяется в процессе деформирования в основном в интервале 1.9–0.6. Согласно физическому смыслу  $\alpha$  [5] это означает, что, даже при максимальном одноосном нагружении 1.2 ГПа, структурная организация угольного вещества не достигает полной однородности и аккомодации структурных элементов на разных масштабных уровнях. Последнее выполняется при  $\alpha \cong 0$ .

Следует отметить следующую особенность: образцы одной и той же марки углей имеют достаточно большой разброс в характеристиках. Например, угли ОС (образцы № 1–3) на начальной стадии деформирования ( $P \cong 100$  МПа) имеют значения  $\alpha$  от  $\sim 0.6$  (пласт  $l_4$ ) до  $\sim 1.6$  (пласт  $m_3$ ). Промежуточное значение 0.8 принимает коэффициент внутреннего трения для углей из пласта  $k_6^H$ . Имеются существенные различия и в значениях коэффициента сдвигового сцепления, характеризующего прочностные свойства углей при сдвиговых деформациях. Наиболее четко это проявляется при максимальных нагрузках до 1.2 ГПа. Для указанных выше образцов углей получены следующие значения  $K$ : 165, 537 и 327 МПа.

Отдельно были рассмотрены данные для углей шахты им. А.И. Гаевого, которые расположены на одном горизонте  $H = 975$  м, но принадлежат различным пластам крутого падения. Сравним коэффициенты  $K$  и  $\alpha$ , полученные на начальных и конечных стадиях деформирования (табл. 3).

Таблица 3

**Значения коэффициентов  $K$  и  $\alpha$  для начальной и конечной стадий деформирования углей шахты им. А.И. Гаевого**

Пласт	Марка угля,	Начальная стадия			Конечная стадия		
		$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа	$P$ , МПа (min–max)	$\alpha$	$K$ , МПа
$k_5^2$	К	87–222	0.735	48.1	1040–1200	0.244	324
$k_5'$	К	83–125	0.722	16.9	952–1200	0.324	118
$k_2$	ОС	100–167	0.745	44.3	1000–1180	0.351	202
$k_3$	ОС	59–125	0.718	17.3	952–1190	0.100	325
$l_8'$	К	110–180	0.753	20.4	943–1200	0.192	318
$m_5^1$	Ж	69–110	0.786	26.5	1053–1190	0.137	344

Данные таблицы указывают на отличие параметров для некоторых образцов как на начальной стадии деформирования, так и на конечной. Выделяются три образца из пластов  $k'_5$ ,  $k_3$  и  $l'_8$ . Они имеют минимальные значения  $K$  среди всех образцов, представленных в таблице. По паспортным данным шахт эти пласты отнесены к выбросоопасным, что хорошо соответствует общепринятым представлениям о пониженной прочности углей выбросоопасных пластов. Параметр  $K$  характеризует именно это свойство углей – прочность на сдвиговые смещения.

На конечной стадии деформирования при  $P = 0.9\text{--}1.2$  ГПа эти угли в меньшей степени выделены по отношению к другим образцам. Однако при сравнении первого и второго образцов можно отметить, что параметр  $K$  существенно меньше для угля из выбросоопасного пласта  $k'_5$ , а параметр  $\alpha$  в полтора раза больше для пласта  $k'_5$ , чем для угрожаемого пласта  $k_5^2$ .

## 6. Заключение

Рассмотренные модельные представления и экспериментальный метод измерения полной пористости угольных образцов основан на модели деформирования порошковых и пористых материалов, которая является обобщением модели деформирования упругопластических сред [5] и, по нашему мнению, адекватно описывает существенно неоднородную структуру и процесс деформирования образцов ископаемых углей. Достоинство этого подхода – возможность проследить процесс уплотнения на отдельных этапах, различающихся степенью агрегирования и характерным масштабом конгломератов неоднородной пористой среды.

Резкое изменение характера зависимости (тангенса угла наклона) пористости от давления указывает на смену механизма уплотнения угольного вещества. Первый этап нагружения в камере высокого давления соответствует процессам проскальзывания частиц порошка или закрытию открытых пор и трещин. На последующей стадии деформирования происходит в основном за счет ликвидации закрытой пористости. На конечной стадии деформирования при больших давлениях преобладающим становится механизм разрушения мелких агрегатов, которые можно сопоставить с кристаллитами.

В результате данного исследования можно сделать следующие выводы:

1. Несмотря на то, что, даже при одноосной нагрузке в  $1.25\text{--}2.0$  ГПа, не удастся достичь структуры вещества и плотности, при которой пористость полностью ликвидирована, тем не менее по характеру кривой деформирования, построенной в координатах  $X$ ,  $Y$ , удастся определить теоретическое значение плотности каркаса пористой среды  $\rho_k$ .

2. Достаточно гладкие кривые деформирования образцов углей, полученных с помощью УНТС, являются следствием непрерывного распределения пор по размерам и иерархической структуры гетерогенного вещества каменных углей в большом интервале масштабов.



3. Во всем интервале изменения нагрузений угольных образцов коэффициент внутреннего трения изменяется в процессе деформирования в основном в интервале 1.7–0.1. Согласно физическому смыслу  $\alpha$  это означает, что, даже при максимальном одноосном нагружении 1.2 GPa, структурная организация угольного вещества не достигает полной однородности и аккомодации структурных элементов на разных масштабных уровнях, а пористость полностью не ликвидируется.

4. Показано, что коэффициент сдвигового сцепления может служить характеристикой выбросоопасности угольного пласта, поскольку для таких пластов его величина существенно меньше, что указывает на меньшую устойчивость угольного вещества к сдвиговым деформациям.

1. Т.А. Василенко, П.И. Поляков, В.В. Слюсарев и др., Проблемы гірського тиску. ДонГТУ, Донецк (2000), № 4, с. 5.
2. Н.К. Неронин, О.П. Варанкина, ФТВД вып. 30, 52 (1989).
3. Г.Я. Акимов, Я.Е. Бейгельзимер, В.М. Тимченко, Э.В. Чайка, ФТВД 9, № 2, 44 (1999).
4. Т.А. Василенко, П.И. Поляков, В.В. Слюсарев и др., Физико-технические проблемы горного производства вып. 3, 40 (2001).
5. Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин, Б.М. Эфрос, Физическая механика гидростатической обработки материалов, ДонФТИ НАН Украины, Донецк (2000).
6. А.К. Кириллов, В.В. Слюсарев, ФТВД, 16, № 3, 137 (2006).
7. А.с. 394692 (СССР). Установка для испытания образцов на трехосное сжатие, А.Д. Алексеев, Е.И. Осыка, А.Д. Тодосейчук, Б. И. № 34, 139 (1973).
8. А.Д. Алексеев, Н.В. Недодаев, Предельное состояние горных пород, Наукова думка, Киев (1982).
9. Методические указания по определению содержания сорбированного и свободного метана в ископаемых углях, Макеевка (1977).

*T.A. Vasilenko, A.K. Kirillov, V.V. Slyusarev*

## STUDY OF THE HIERARCHICAL STRUCTURE OF COALS BY PRESSING. MEASURING OF THE TOTAL POROSITY

The results of monoaxial deformation of coal samples to the maximum loading of 1.2 GPa are presented. Within the model of heterogeneous porous environment, the coefficients of internal friction and shift coupling for consecutive stages of deformation are obtained. It is shown that the samples taken from the outburst-hazardous coal layers differ in characteristics from the threatened layers. The used method allows estimation of the total porosity of the samples and the density of the solid matrix of the porous environment. The closed porosity making the main contribution to the total porosity is calculated for the studied samples.

**Keywords:** deformation, porosity, internal friction, fossil coal, triaxial compression unit

**Fig. 1.** Triaxial true compression unit

**Fig. 2.** Loading curve for sample No. 2: *a* – the initial curve normalized to the density  $\rho_0$  data; *b* – the curve converted to *X*, *Y* coordinates

**Fig. 3.** Evolution of the porosity of sample No. 2 in semilog (*a*) and in double logarithmic (*b*) coordinates