

УДК 552.23:548.734

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Р.М. Султаналиева

Приведены результаты определения параметров структуры горных пород рентгенографическим методом, которые позволяют управлять их деформационными и прочностными свойствами для решения задач при добыче и переработке полезных ископаемых.

Ключевые слова: структура; параметры; рентгенографический метод; дифракция; горная порода; минерал; термообработка.

DETERMINATION OF THE PARAMETERS A STRUCTURAL STATE OF ROCKS X-RAY METHOD

R.M. Sultanalieva

The article presents the results of determination parameters of rocks structure by x-ray method which allow to control their deformation and strength properties for the solution of tasks at production and processing of minerals.

Keywords: structure; parameters; radiographic method; diffraction; rock; mineral; heat treatment.

Результаты рентгенографического метода исследований параметров структурного состояния позволяют управлять деформационными и прочностными свойствами горных пород и минералов для решения задач при добыче и переработке полезных ископаемых, создании строительных материалов.

Рентгенографическое определение деформаций и напряжений в минералах позволяет изучить природу физических процессов, протекающих в горной породе, подвергающейся воздействию внешних полей (механических, тепловых и т. д.).

В основу изучения атомной структуры минералов положено явление дифракции в них рентгеновских лучей.

Если направить пучок рентгеновских лучей на скопление атомов, то их электронные оболочки будут взаимодействовать с падающей волной и рассеивать её в пространство [1]. Направление распространения волны обычно задается вектором \vec{k} , модуль которого равен

$$|\vec{k}| = 2\pi / \lambda,$$

где λ – длина волны.

Дифракцию на минерале можно интерпретировать как “отражение” луча плоскостями кри-

сталлической решетки под вполне определенными фиксированными углами падения и отражения.

Это наблюдается потому, что “отражение” происходит лишь тогда (под тем углом), когда волны, рассеянные параллельными атомными плоскостями, оказываются в фазе и усиливают друг друга.

В этом случае разность хода при рассеянии от соседних плоскостей равна целому числу n длин волн λ :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta. \quad (1)$$

Формула (1) – закон Вульфа–Брэгга, связывающий направление отражения рентгеновского монохроматического излучения, характеризуемое углом θ , с межплоскостным расстоянием d_{hkl} в решетке (n – порядок отражения). Если это условие не выполняется, то из-за наличия в кристалле очень большого количества плоскостей, возникающих при отражении от них разности фаз, приводят к полному гашению рассеянных пучков при любых углах (рисунок 1).

Формула Вульфа–Брэгга показывает, что дифрагированные пучки для данного d_{hkl} могут быть получены в монохроматическом излучении (т. е. при постоянной λ) только за счет изменения ориентации кристалла, т. е. углов θ .

Таблица 1 – Деформационные характеристики горных пород

| Название и место отбора породы | Состояние породы | Номер образца | Модуль упругости, (E)×10 ³ МПа | Коэффициент Пуассона, μ |
|---------------------------------------|------------------|---------------|---|-------------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Песчаник (Рогун) | Исходное | 2 | 0,39 | 0,20 |
| | После термообр. | 1 | 0,28 | 0,30 |
| | После термообр. | 4 | 0,33 | 0,30 |
| Гранит (Кыртабылга) | Исходное | 10 | 0,85 | 0,25 |
| | После термообр. | 6 | 0,10 | 0,30 |
| Мрамор (Новоросийск) | Исходное | 12 | 0,76 | 0,18 |
| | После термообр. | 7 | 0,30 | 0,40 |
| Кварц (Восточ. Коунрад, шх.6, г. 220) | Исходное | 13 | 0,75 | 0,23 |
| | Исходное | 14 | 0,75 | 0,23 |
| Гранит (Восточ. Коунрад, шх.6, г.150) | Исходное | 15 | 0,43 | 0,27 |
| | Исходное | 16 | 0,43 | 0,27 |

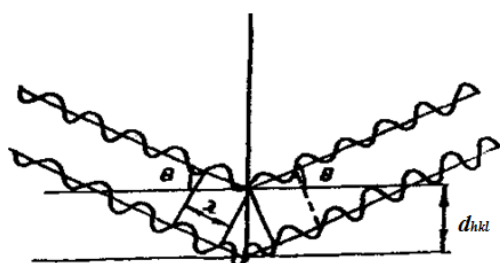


Рисунок 1 – Схема формирования отражения от атомных плоскостей

Расчет параметров тонкой структуры пороодообразующих минералов производится в несколько этапов [2]. Из-за интегральной природы формирования дифракционного пика от поликристаллического образца, разброс значений напряжений вокруг средней величины, связанный с величиной микро деформацией (ϵ), вызовет его уширение. Кроме того, ширина и форма профиля дифракционной линии рентгенограммы поликристалла зависят от величины рассеивающих областей (D) блоков мозаики. Сначала находят интегральную ширину $B_{эксп}$, зависящую от состояния структуры:

$$B = \frac{1}{I_{\max}} \left[h \sum_{k=1}^n I_k - \frac{I_{\phi 1} + I_{\phi 2}}{2} nh \right], \quad (2)$$

где I_{\max} – интенсивность в максимуме дифракционного пика; h – шаг перемещения детектора; n – число точек измерения интенсивности дифракционного пика; $I_{\phi 1}$, $I_{\phi 2}$ – интенсивность фона на краях дифракционного пика.

Плотность дислокаций, находящихся на границе блоков, определяется по формуле:

$$\rho_D = \frac{6nD}{2D^2} = \frac{3n}{D^2}, \quad (3)$$

где ρ – длина линий дислокаций в единице объема (плотность дислокаций); D – размер блока; n – число дислокаций на грани блока.

При $n = 1$ (хаотическое распределение дислокаций)

$$\rho_D = \frac{3}{D^2} \quad (4)$$

можно вычислить плотность дислокаций внутри блока (ρ_g) и истинную плотность дислокаций ($\rho_{ист}$).

Также определяется концентрация деформационных и двойниковых дефектов упаковки.

Рентгеновская дифрактометрия используется для исследования процессов, протекающих в горных породах, подвергающихся внешнему тепловому воздействию [3]. Этим методом исследуются как фазовые превращения, нарушения структуры, тепловое расширение пороодообразующих минералов, так и явления, присущие горной породе в целом – появление микроструктурных напряжений, протекание пластических микродеформаций и т. д.

Для оценки изменений параметров структуры и остаточных напряжений от воздействия теплового поля, исследовали несколько разновидностей горных пород. В таблице 1 представлены деформационные характеристики горных пород до и после их термической обработки.

Для изучения изменений параметров структурного состояния исследовали образцы, представляющие исходные (генетические) состояния и образцы после термической обработки. Исследования проводили на рентгеновском дифрактометре типа ДРОН-2, с использованием специальных гониометрических приставок. Гониометры могут быть снабжены приставками для вращения или колебания крупнозернистых образцов и исследования горных пород в особых условиях.

Таблица 2 – Параметры структуры и остаточных напряжений минералов горных пород

| Название и место отбора породы | Название минерала | Состояние и номер образца | $D, \text{Å}$ | $\rho_D \cdot 10^{-\text{см}^2}$ | $r_D, \text{Å}$ | $r_s, \text{Å}$ | $\varepsilon \cdot 10^3$ | $\rho_s \cdot 10^{-12} \text{см}^2$ | $\rho_{cp} \cdot 10^{-\text{см}^2}$ | $\alpha \cdot 10^3$ | $\gamma \cdot 10^3$ | $\sigma_{Bp3} \cdot 10^3 \text{Мбар}$ | $\sigma_{Pч3} \cdot 10^3 \text{Мбар}$ | |
|--------------------------------|-------------------|---|---------------|----------------------------------|-----------------|-----------------|--------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--|
| Гранит, Кыргабылгы | Кварц | Исходн., 10 после гермич. обработки, обр.7 | 254 | 47 | | | -8,8 | 123 | 7,6 | 27 | 51 | 40 | 1,64 | |
| | | | 398 | 19 | | | -3,6 | 18 | 1,8 | 16 | 7,4 | 10,3 | 0,61 | |
| Мрамор, Новоросийск | Кальцит | Исходн., 12 после т.о., 7 | 566 | 9,4 | | | 9,2 | 17,5 | 1,3 | 2000 | 3000 | 11 | 0,80 | |
| | | | 324 | 29 | | | -8,2 | 17,1 | 2,2 | 2000 | 3000 | 4,8 | 0,26 | |
| Песчаник Рогун | Кальцит | Исходн., 2 после т.о., 4 | 784 | 5,0 | | | 8,9 | 15 | 0,85 | 2000 | 3000 | 1,4 | 6,46 | |
| | | | 239 | 52,0 | | | -1,3 | 47 | 5,0 | 2000 | 2900 | 8,6 | 1,95 | |
| | Кварц | исходн., 2 после т.о., 4 | 651 | 7,1 | | | -0,68 | 0,57 | 0,20 | 2,8 | 3,3 | 0,61 | 5,5 | |
| | | | 594 | 8,5 | | | -1,4 | 2,35 | 0,45 | 8,3 | 9,4 | 2,2 | 1,9 | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | Кварц | Исходн., 2 ¹ после т.о., 1 пос. т.о., 4 ¹ | 385 | 20,2 | 223 | 78 | -3,97 | | | | | | | |
| | | | 376 | 21,2 | 217 | 76 | -3,42 | | | | | | | |
| | | | 535 | 10,5 | 309 | 73 | 4,11 | | | | | | | |
| Кварц, Вост. Коунрад | Кварц | Исходн., 2 исходн., 2 | 458 | 14,3 | 264 | 150 | -2,93 | | | | | | | |
| | | | 511 | 11,5 | 295 | 320 | -1,48 | | | | | | | |
| Гранит, Вост. Коунрад | Кварц | Исходн., 2 исходн., 2 | 554 | 9,8 | 320 | 171 | -1,99 | | | | | | | |
| | | | 688 | 6,3 | 397 | 116 | -3,02 | | | | | | | |

На основе анализа положения и формы профилей рентгеновских линий с использованием методов Фурье и гармонического анализа по интенсивностям получены данные о среднем размере блока мозаики D , величине остаточной деформации кристаллической решетки ϵ , плотности дислокации на границе блока мозаики r_e , средней плотности дислокации r_{cp} , напряжения внутри зерна $s_{г.з.}$, и на границе зерна $s_{г.з.}$, вероятности дефектов упаковки a и двойниковых дефектов g , расстояния между дислокациями на границе блока r_D , расстояния между дислокациями внутри блока r_e . Результаты измерения этих параметров приведены в таблице 2.

Результаты исследований структуры и остаточных напряжений показали, что термическая обработка в режиме закалки приводит к существенным изменениям напряжений на всех структурных уровнях.

В кварцсодержащих горных породах сжимающие остаточные напряжения на уровне кристаллической решетки в основном снижаются и при дальнейшем увеличении температуры преобразуются в растягивающие напряжения.

В мономинеральных породах, содержащих кальциты, преобладающие растягивающие напряжения преобразуются в сжимающие остаточные напряжения. При преобладании сжимающих остаточных напряжений прочность горных пород увеличивается, а при увеличении растягивающих

остаточных напряжений, наоборот происходит разупрочнение.

Плотность дислокации на границе блока изменяется неоднозначно, термообработка горных пород приводит к структурным изменениям в зависимости от минералов. В кальцитах плотность дислокаций от термообработки увеличивается в 2–5 раз, в кварцах, наоборот уменьшается от 1,5 до 2,5 раз.

В кальцитах растягивающие остаточные напряжения 3-го рода преобразуются в значительные сжимающие напряжения, напряжения растяжения внутри и на границе зерен уменьшаются в 2–3 раза.

Термическая обработка также влияет на деформационные характеристики горных пород. У гранита (Кыртабылга), песчаника (Рогун) и мрамора происходит значительное уменьшение модуля упругости.

Литература

1. Зильбершмидт М.Т. Механизм изменения структурного состояния горных пород при внешнем воздействии / М.Т. Зильбершмидт // Физические процессы в горных породах: матер. всес. конф. М., 1984.
2. Зильбершмидт М.Г. Методы анализа структурного состояния горных пород. Ч. 1 / М.Г. Зильбершмидт, Т.К. Заворыкина. М.: МГИ, 1980. С. 88.
3. Зильбершмидт М.Г. Рентгеновские методы исследования горных пород / М.Г. Зильбершмидт, С.В. Ржевская. М., 1981.