

## КОНКУРЕНТНОЕ НАКОПЛЕНИЕ ПОВРЕЖДЕНИЙ ВНУТРИ И МЕЖДУ ЗЕРЕН ПРИ РАЗРУШЕНИИ ГРАНИТА ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

И.П. Щербаков, А.Е. Чмель

*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 26, Россия*

Лабораторные образцы крупнозернистого гранита повреждали падающим грузом, и записывали последовательности импульсов акустической эмиссии (АЭ) в диапазоне 80 кГц — 4 МГц. Опыты проводили при температурах от 20 до 500 °С. Поскольку частота импульса АЭ пропорциональна скорости формирования (микро)трещины и обратно пропорциональна ее длине, амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) временных серий АЭ содержит информацию о размере первичных повреждений. Анализ АЧХ, полученных в настоящей работе, показал, что разрушение гранита при температурах ниже 400 °С происходило почти исключительно за счет образования трещин на границах зерен материала. При 400 °С и выше в АЧХ временных серий в дополнение к пикам, принадлежащим межзеренным повреждениям, проявились пики внутризеренных дефектов. При этом в механическом поведении гранита выявлена существенная роль перегретых микроскопических пароводных включений, создающих дополнительное внутреннее давление в материале зерен.

*Гранит, кварц, ударное разрушение, акустическая эмиссия, температурная зависимость.*

## RANDOM AND COOPERATIVE ACCUMULATION OF INTRA- AND INTERGRANULAR DEFECTS IN GRANITE SUBJECT TO HIGH-TEMPERATURE IMPACT FRACTURE

I.P. Shcherbakov and A.E. Chmel'

Acoustic emission (AE) from laboratory samples of coarse-grained granite hit by a dropped weight at temperatures from 20 to 500 °C is recorded within a frequency range of 80 kHz–4 MHz. The time series of AE signals bear information on the size of primary defects, since the AE frequency is proportional to the growth rate of microcracks and inversely proportional to their lengths. According to AE data obtained in this study, impact fracture of granite produces cracks at grain boundaries at temperatures below 400 °C and additional defects inside grains at 400 °C and higher. The reason is that overheated water–vapor inclusions increase pressure in the grain interior, which affects the mechanic behavior of granite.

*Granite, quartz, impact fracture, acoustic emission, temperature dependence*

### ВВЕДЕНИЕ

Природные гранитные массивы используются в качестве естественной среды для различных инженерных сооружений, служащих для хранения радиоактивных отходов, подземной газификации угля, а также тоннелей и других подземных конструкций. От таких сооружений требуется сохранение стабильности при повышенных температурах ввиду специфики их эксплуатации или тяжелых последствий в случае возникновения пожара [Saiang, 2011; Ozguven, Ozcelik, 2014]. Возникновение высоких (до сотен градусов Цельсия) температур может сочетаться с импульсной нагрузкой от подземных толчков и горных ударов. Эти условия часто моделируются в лабораторных экспериментах с целью изучения механического поведения горных пород на стадии формирования первичных (микроскопических) повреждений [Chen, Wang, 1980; Meredith, Atkinson, 1985; Fredrich, Wong, 1986; Wang et al., 1989; Смирнов и др., 1995; Menéndez et al., 1999; Keshavarz et al., 2010].

Зарождение и распространение трещин сопровождается генерацией упругих волн с частотами в диапазоне от  $10^4$  до  $10^7$  Гц. Поэтому эффективным методом мониторинга процесса накопления микроскопических повреждений в гранитах может служить акустическая эмиссия (АЭ) [Виноградов, 1964; Lockner et al., 1992]. Временные ряды сигналов АЭ содержат информацию двух типов. Во-первых, интенсивность (квадрат амплитуды) каждого импульса пропорциональна энергии, освободившейся при формировании отдельного дефекта, что дает возможность проследить энергетику накопления повреждений в материале. Такой подход был использован нами в предшествующей работе [Щербаков, Чмель, 2014] для исследования трещинообразования при ударном повреждении нагретых гранитов. Во-вторых,

амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) акустического сигнала позволяет оценить размер образующихся трещин, величине которого обратно пропорциональна частота генерируемого звука. Эта возможность, предоставляемая методом АЭ, реализована в настоящем исследовании. С помощью амплитудно-частотного анализа серий акустических импульсов, возникающих при ударном нагружении нагретого образца, были определены такие характеристики разрушения, как размер микротрещин и их локализация в граните (межзеренная либо внутризеренная). Для уточнения особенностей природы дефектов, образующихся в зернах кварца (наиболее прочного материала в составе гранита), ряд экспериментов был также проведен с образцами нагретого монолитного  $\alpha$ -кварца.

## МЕТОДИКА И ТЕХНИКА

Исследование проведено на образцах гранита Рапакиви из финляндских месторождений с содержанием кварца и полевого шпата примерно 30 и 40 % соответственно; размер зерен минералов в этом материале равен 3—5 мм. Также проведены измерения на кристаллическом кварце, синтезированным гидротермальным способом. Все образцы вырезались в форме блоков с полированными гранями размером примерно 15×20×20 мм.

Локализованное повреждение поверхности осуществлялось грузом массой 100 г, падающим с высоты 10 см на стальной боек, установленный на верхней плоскости образца. Удар бойка производил лунку неправильной формы диаметром до 3—4 мм (в зависимости от температуры образца) и глубиной ~1.0—0.5 мм.

Для регистрации АЭ на плоской боковой поверхности заостренного бойка прикрепляли высокочувствительный широкополосный пьезодатчик из керамики  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ . Такая схема регистрации (в отличие от традиционной практики установки датчика на образец) обеспечивала необходимую теплоизоляцию пьезодатчика от нагретого образца.

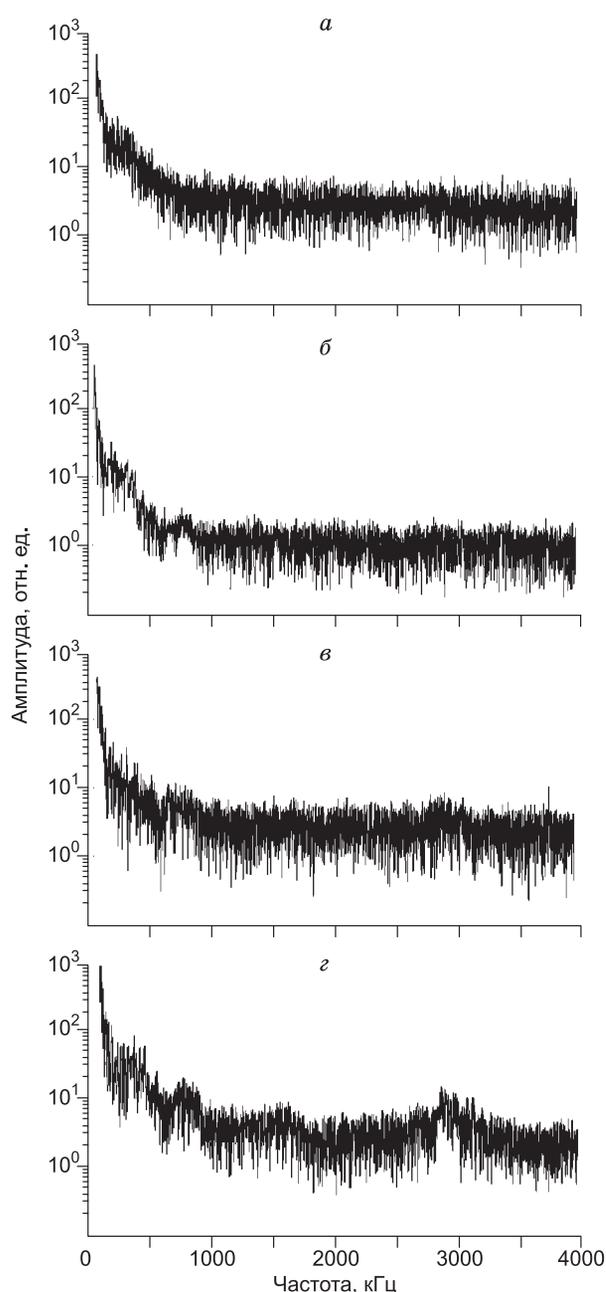
Импульсы напряжения на выходе аналого-цифрового преобразователя записывались в память компьютера. Максимальная частота регистрируемых сигналов составляла 4 МГц. Низкочастотная цифровая фильтрация на уровне 80 кГц позволяла исключить как сигнал от первичной упругой волны, проходящей через боек, так и паразитные колебания образца и всей установки.

Образцы помещали на нагреваемое основание. Опыты проведены при температуре верхней поверхности образцов от 20 до 500 °С, которая измерялась дистанционно с помощью инфракрасного пирометра CONDROL IR-T4.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

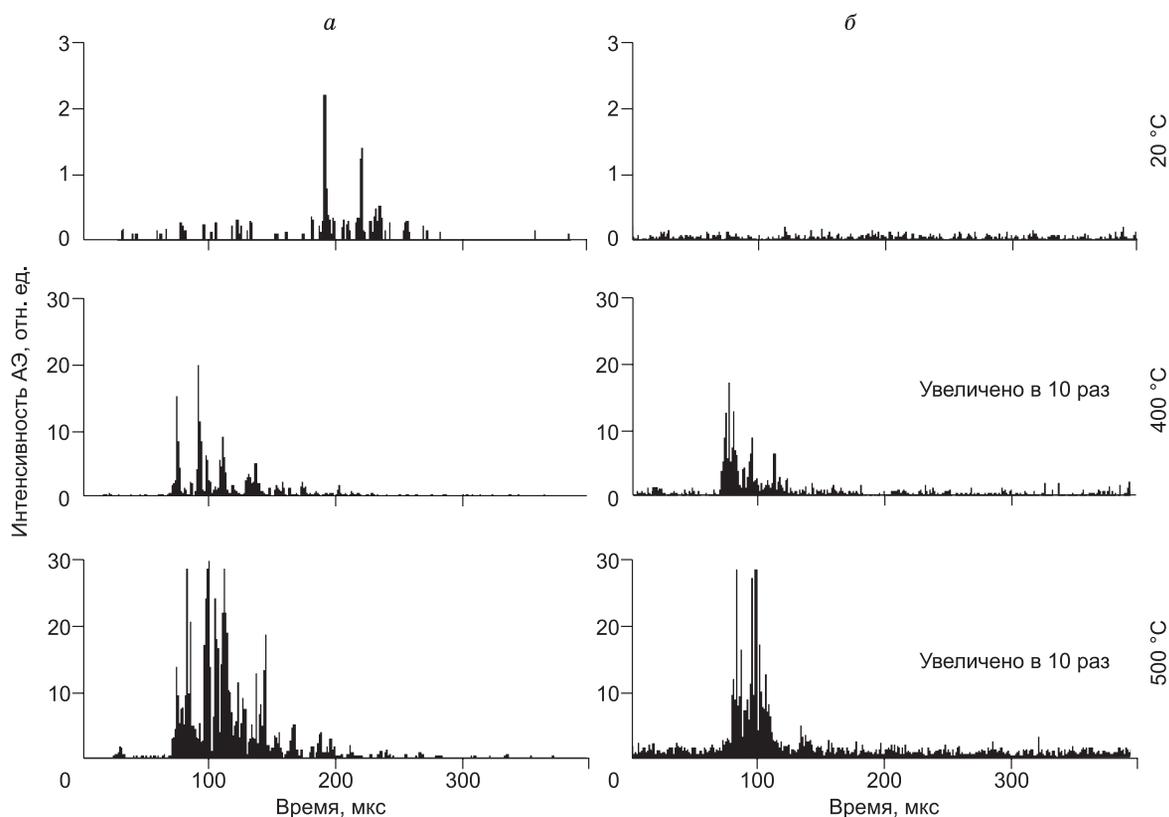
На рис. 1 показаны развертки АЧХ серий импульсов АЭ, генерированных при различных температурах.

При комнатной температуре на частотной развертке имеется единственный пик с частотой ~ 270 кГц. При нагревании образца до 200 °С появляется еще один максимум на частоте ~ 800 кГц. Наконец, при 400 °С на развертке можно выделить слабовыраженный пик с частотой ~ 2.9 МГц, кото-



**Рис. 1.** АЧХ временных рядов АЭ при температурах образца:

20 °С (а), 200 °С (б), 400 °С (в), 500 °С (г).



**Рис. 2. Временные развертки энергии (интенсивности) сигналов АЭ, генерированные разрушением поверхности гранита при различных температурах образца (показаны вдоль оси ординат справа), записанные в диапазонах:**

0.08—1.00 МГц (а) и 1—4 МГц (б).

рый становится доминирующим при 500 °С. Кроме того, в последнем случае в спектре АХЧ виден менее выраженный максимум при ~ 1.5 МГц.

Частота каждого пика ( $\omega$ ) обратно пропорциональна линейному размеру образующихся трещин ( $L$ ), в соответствии с приблизительным соотношением:

$$\omega \approx 2\pi v/L,$$

где  $v$  — скорость роста трещины. Величина  $v$  в граните равна приблизительно 100 м/с и при ударном разрушении слабо зависит от скорости нагружения [Еременко и др., 1996]. Таким образом, пики на частотах 270 кГц, 800 кГц, 1.5 МГц и 2.9 МГц можно поставить в соответствие трещинам с размерами ~ 2.3, ~ 0.8, ~ 0.4 и ~ 0.2 мм.

Наиболее крупные трещины (2.3 мм) оказались полностью нечувствительными к подъему температуры, т. е. они имеют чисто механическое происхождение. Наиболее вероятно, что это трещины между зернами одинаковых минералов, которые имеют один и тот же коэффициент термического расширения. Трещины размером 0.8 мм появляются при нагревании образцов до 200 °С. Можно полагать, что на их образование влияют термоупругие напряжения между зернами различных минералов. При дальнейшем нагревании образцов начинается разрушение собственно зерен, в которых зарождаются относительно мелкие трещины размером около 0.2 и 0.4 мм. Поскольку прочность полевого шпата намного ниже, чем кварца (~ 150 МПа против более чем 500 МПа для кварца), следует отнести более интенсивный высокочастотный пик (2.9 МГц) к микротрещинам в зернах шпата, а слабый пик, отвечающий дефектам размером 0.4 мм, вызван разрушением зерен кварца.

Сделанное отнесение пиков АХЧ подтверждается характером распределения энергии во временных сериях импульсов АЭ. На рис. 2 показаны развертки сигналов АЭ в двух частотных диапазонах: 0.08–1.00 МГц и 1–4 МГц, в которые предположительно попадают сигналы от межзеренных трещин 2.3 и 0.8 мм и внутриверенных трещин 0.4 (кварц) и 0.2 мм (шпат) соответственно. При сравнении серий АЭ, записанных при различных температурах и в двух частотных диапазонах, можно выделить следующие тенденции:

**Рис. 3. Распределения по энергии импульсов АЭ, попадающих в диапазоны 0.08—1.00 МГц (1) и 1—4 МГц (2).**

Лог-линейные участки, отвечающие уравнению (1) (а) и уравнению (2) (б, в), показаны прямыми линиями.

1. При температурах 400–500 °С пиковая интенсивность импульсов АЭ в диапазоне межзеренных трещин (0.08–1.00 МГц) примерно на порядок величины выше, чем в диапазоне 1–4 МГц.

2. Время формирования межзеренных повреждений (продолжительность генерации звука в низкочастотном диапазоне) всегда больше, чем внутризеренных.

3. Интенсивность АЭ заметно увеличивается с ростом температуры для всех трещин.

4. Две первые тенденции согласуются с отнесением акустической активности в двух характерных диапазонах с разрушением межзеренного и внутризеренного типов. Что касается роста интенсивности разрушения при высоких температурах, то это, по-видимому, объясняется тем, что, во-первых, эффект может быть связан с появлением микропластических деформаций в кварце [Mashinskii, 2008], во-вторых, прочность этого минерала в диапазоне температур от 300 до 500 °С падает примерно на порядок величины [Griggs, Власіс, 1965]. Данный факт мы еще обсудим ниже.

Таким образом, было обнаружено, что разрушение условно гомогенных зерен и областей гетерогенности имеет свои особенности. Ранее сообщалось [Щербаков, Чмель, 2014], что в частотном диапазоне ниже 1 МГц при температурах 400–500 °С наблюдается аномальное распределение энергии, высвобождаемой при образовании гипоцентров в разрушаемых крупнозернистых гранитах. Вместо типичного для горных пород степенного («скейлингового») распределения [Rabinovich et al., 2002; Kuksenko et al., 2005; Lei, Satoh, 2007]:

$$N(E > E') \propto E^{-b} \quad (1)$$

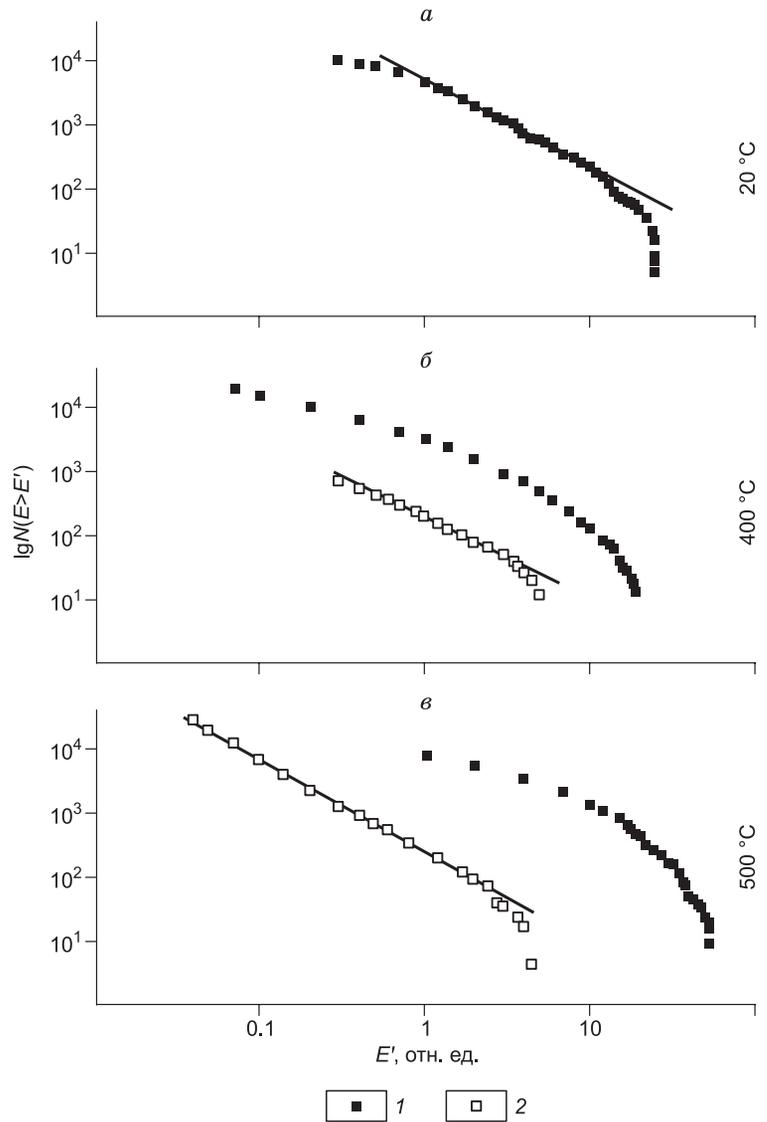
( $N$  – число импульсов АЭ, энергия которых  $E$  превышает некоторый порог  $E'$ ;  $b$  — постоянная), которое в логарифмической форме

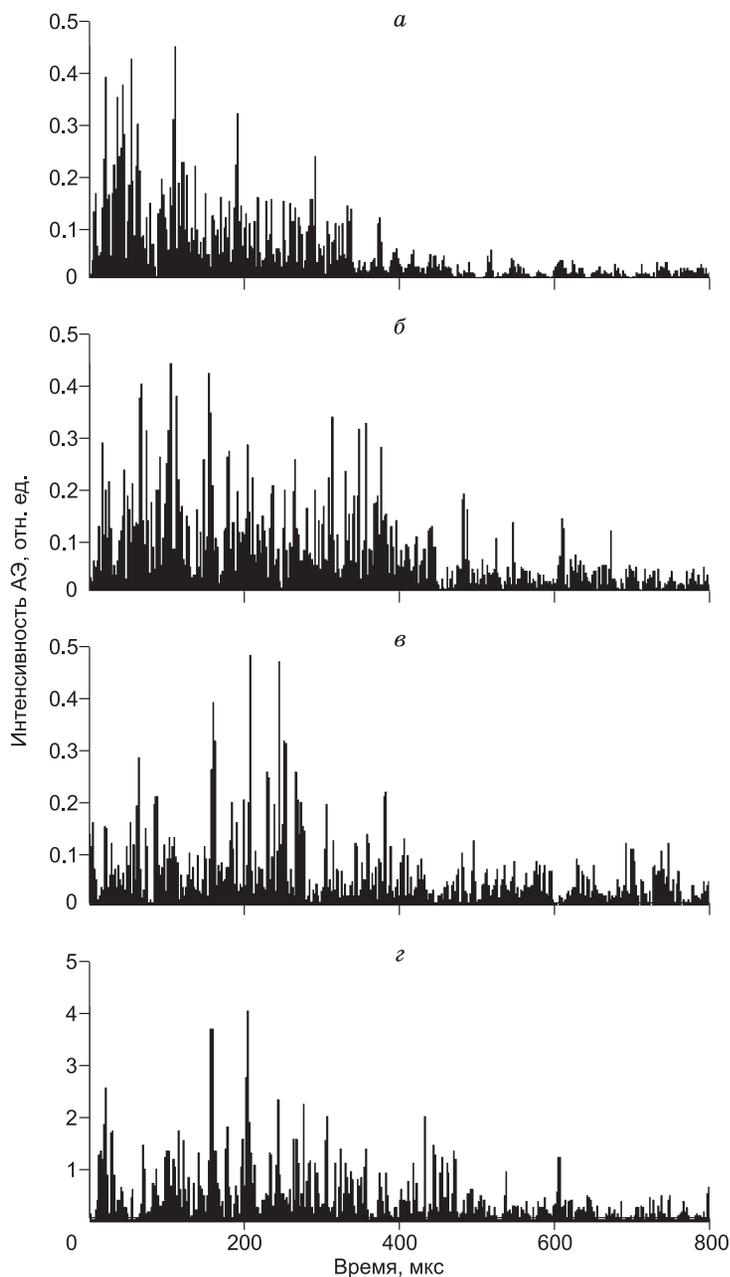
$$\lg N(E > E') \propto -b \lg E \quad (1a)$$

идентично закону Гутенберга—Рихтера  $\lg_{10} N(M > E') \propto -bM$ , где  $N$  — число землетрясений с магнитудой, превышающей величину  $M$  (магнитуда пропорциональна  $\lg E$ ), в работе [Щербаков, Чмель, 2014] было получено экспоненциальное (случайное) распределение:

$$N(E > E') \propto \exp(-aE), \quad (2)$$

где  $a$  – постоянная.





**Рис. 4. Временные развертки энергии (интенсивности) сигналов АЭ, генерированных разрушением поверхности кварца при температурах:**

20 °C (а), 200 °C (б), 400 °C (в) и 500 °C (з).

В настоящей работе характер распределения  $\lg N(E > E')$  от  $E$  был также изучен для области 1–4 МГц, т. е. для микрповреждений, образующихся в зернах гранита. Результат оказался неожиданным.

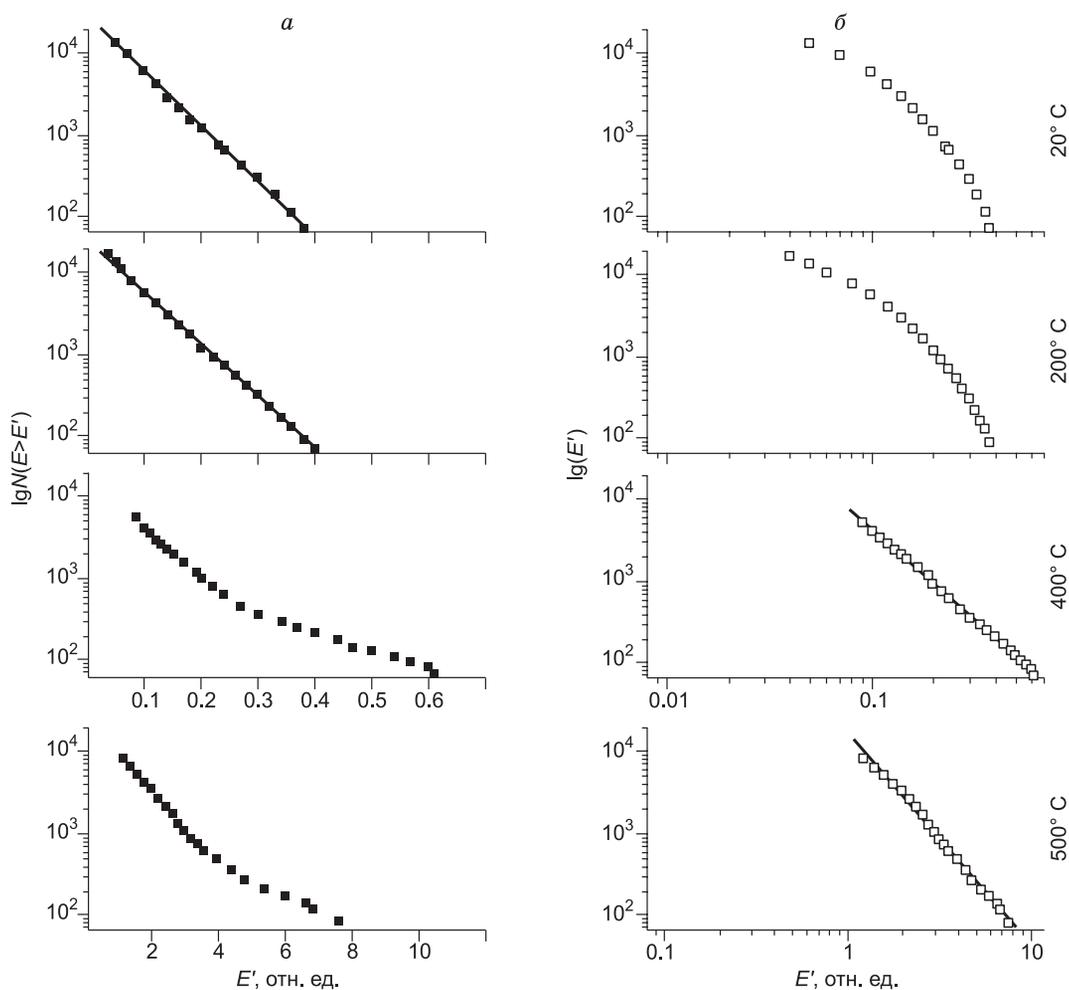
На рис. 3 представлены распределения интенсивностей АЭ из образцов при комнатной температуре, а также нагретых выше 300 °C. Можно видеть, что в нагретых образцах распределения, отвечающие области 0.08—1.00 МГц, не проявляют степенной зависимости (1), что также наблюдалось ранее [Щербаков, Чмель, 2014] и было объяснено повышенной пластичностью гранитов при высокой температуре [Xiao-li et al., 2009; Keshavarz et al., 2010], препятствующей «дальному» взаимодействию между гипоцентрами. Однако в настоящем исследовании при температурах 400—500 °C скейлинговые распределения типа (1), (1а) были получены для АЭ, активной в области 1—4 МГц. Этот результат ставил под сомнение отнесение пиков 1.5 и 2.9 МГц в АЧХ разрушению зерен гранита, поскольку распределения типа Гутенберга—Рихтера возникают исключительно в хрупких неоднородных средах, таких как горные породы, керамика, строительные материалы и т. п., в которых накопление повреждений имеет множественный характер с взаимным влиянием вновь образованных дефектов друг на

друга. В однородных материалах (кристаллы, стекла) разрушение происходит с быстрым ростом почти не взаимодействующих крупных трещин.

Поэтому для проверки результата для внутризеренного разрушения аналогичные температурные измерения были проведены также на монокристаллах синтетического  $\alpha$ -кварца, которые сравнивались с поведением зерен кварца в граните.

На рис. 4 показаны временные ряды сигналов АЭ, генерируемые ударом по поверхности кварца для нескольких температур образца. Рассчитанные из них распределения  $\lg N(E > E')$  от  $E$  представлены на рис. 5 как в двойных, так и в полулогарифмических координатах. Как видно, в диапазоне температур 400—500 °C графики на рис. 5, а имеют линейные участки типа (2), которые представляют степенную зависимость (1). Иначе говоря, макроскопический образец проявил такое же поведение, как зерна гранита. Осталось только объяснить отступление от случайного энерговыделения в кварце при температурах 400 и 500 °C.

Известно, что в большинстве минералов и некоторых синтетических кристаллах, в том числе кварце, содержатся водные и другие жидкостные включения [Godbeer, Wilkins, 1977; Аникушева, 2008]. В граните размер таких включений достигает 5 мкм с максимумом распределения в области 2—3 мкм [Hall, Vodnar, 1989]. Включения не влияют существенно на прочность и не изменяют быстротечный характер макроскопического разрушения в обычных температурных условиях. Однако при нагревании



**Рис. 5. Распределения по энергии импульсов АЭ при разрушении кварца, нагретого до различных температур (показаны вдоль оси ординат справа), в полулогарифмических (а) и двойных логарифмических (б) координатах.**

Лог-линейные участки, отвечающие уравнению (2) (а) и уравнению (1) (б), показаны прямыми линиями.

кристаллов давление в пузырьках жидкости растет, и в материале возникает внутреннее напряжение; при достижении температуры гомогенизации водно-паровой смеси (310 °С [Burlinson, 2008]) прочность кварца заметно падает [Griggs, Blacic, 1965]. Поскольку жидкостные включения в кристаллах кварца и других минералов содержатся в виде равномерно распределенных групп, состоящих из несколько пор [Аникушева, 2008], зерна в граните при достаточно высокой температуре начинают разрушаться по модели гетерогенных материалов, т. е. с образованием множества взаимодействующих микроскопических повреждений.

## ВЫВОДЫ

1. Ударное разрушение гранита при температурах ниже 400 °С происходит почти исключительно за счет образования трещин на границах зерен материала, причем по мере увеличения температуры повышается вклад повреждений между зернами *различных* минералов из-за несовпадения коэффициентов теплового расширения.

2. При 400 °С и выше к межзеренным повреждениям добавляются внутризеренные дефекты, имеющие несобственное происхождение: происходит стимулированное внешней нагрузкой растрескивание монолитной матрицы из-за повышенного давления вокруг нагретых выше температуры гомогенизации водно-паровой смеси микро-/субмикроскопических водных включений, неизбежно присутствующих в компонентах гранита.

3. При температурах ниже 400 °С распределение энергии в сериях АЭ следует соотношению типа Гутенберга—Рихтера для статистически значимых коррелированных событий. Такое распределение характерно для хрупких геоматериалов, когда разрушение развивается благодаря накоплению и коалесценции мелких межзеренных трещин, а не путем роста одиночной трещины [Kranz, 1983].

4. При температурах 400 и 500 °С распределение энергии, высвобождаемой при образовании межзеренных трещин, приобретает случайный (экспоненциальный) характер вследствие увеличения пластичности материала и потери динамического взаимодействия между вновь образовавшимися дефектами.

5. При повреждении сплошных зерен (которое наблюдалось только в высокотемпературной области) всегда имеет место распределение типа Гутенберга—Рихтера, поскольку пароводные включения играют роль множественных структурных неоднородностей, присущих гетерогенным материалам, которые создают эффект кооперативного накопления повреждений в однородной матрице.

#### ЛИТЕРАТУРА

**Анкушева Н.Н.** Флюидный режим формирования гидротермальной системы Аркаимского палеовулкана (Южный Урал) // Литосфера, 2008, № 4, с. 93—98.

**Виноградов С.Д.** Акустические наблюдения процессов разрушения горных пород. М., Наука, 1964, 84 с.

**Еременко А.С., Новиков С.А., Синицын В.А., Пушков В.А., Якупов М.М.** Определение трещиностойкости и энергии разрушения хрупких материалов при ударном расклинивании // ПМТФ, 1996, т. 37, № 4, с. 149—159.

**Смирнов В.Б., Пономарев А.В., Завьялов А.Д.** Структура акустического режима в образцах горных пород // Физика Земли, 1995, № 1, с. 38—58.

**Щербаков И.П., Чмель А.Е.** Ударное разрушение гранитов в диапазоне температур 20—500 °С // Геология и геофизика, 2014, т. 55 (10), с. 1543—1549.

**Burlinson K.** An explanation of the baro-acoustic decrepitation method // Conf. Proc. Asian Current Researches on Fluid Inclusions, Kharagpur, India, 2008.

**Chen Y., Wang C.-y.** Thermally induced acoustic emission in Westerly granite // Geophys. Res. Lett., 1980, v. 7, p. 1089—1092.

**Fredrich J.T., Wong T.-F.** Micromechanics of thermally induced cracking in three crustal rocks // J. Geophys. Res., 1986, v. 91, p. 12743—12764.

**Godbeer W.C., Wilkins R.W.T.** The water content of a synthetic quartz // Am. Mineral., 1977, v. 62, p. 831—832.

**Griggs D.T., Blacic J.D.** Anomalous weakness of synthetic crystals // Science, 1965, v. 147, p. 292—295.

**Hall D.L., Bodnar R.J.** Comparison of fluid inclusion decrepitation and acoustic emission profiles of Westerly granite and Sioux quartzite // Tectonophysics, 1989, v. 168, p. 283—296.

**Keshavarz M., Pellet F.L., Loret B.** Damage and changes in mechanical properties of a gabbro thermally loaded up to 1000 °С // Pure Appl. Geophys., 2010, v. 167, p. 1511—1523.

**Kranz R.L.** Microcracks in rocks: A review // Tectonophysics, 1983, v. 100, p. 449—480.

**Kuksenko V., Tomilin N., Chmel A.** The role of driving rate in scaling characteristics of rock fracture // J. Stat. Mech., 2005, p. P06012.

**Lei X., Satoh T.** Indicators of critical point behavior prior to rock failure inferred from pre-failure damage // Tectonophysics, 2007, v. 431, p. 97—111.

**Lockner D.A., Byerlee J.D., Kuksenko V., Ponomarev A., Sidorin A.** Observation of quasistatic fault growth from acoustic emissions // Fault mechanics and transport properties of rocks / Eds. B. Evans, T.-F. Wong. Academic Press Ltd, London, 1992, p. 3—32.

**Mashinskii E.I.** Amplitude-frequency dependences of wave-attenuation in single-crystal quartz: Experimental study // J. Geophys. Res. 2008, v. 113, p. B11304.

**Menéndez B., David C., Daroy M.** A study of the crack network in thermally and mechanically cracked granite samples using confocal scanning laser microscopy // Phys. Chem. Earth, Part A: Solid Earth Geodesy, 1999, v. 24, p. 627—632.

**Meredith P.G., Atkinson B.K.** Fracture toughness and subcritical crack growth during high-temperature tensile deformation of Westerly granite and Black gabbro // Phys. Earth Planet. Int., 1985, v. 39, p. 33—51.

**Ozguven A., Ozcelik Y.** Effects of high temperature on physico-mechanical properties of Turkish natural building stones // Eng. Geol., 2014, v. 183, p. 127—136.

**Rabinovitch A., Bahat D., Frid V.** Gutenberg-Richter type relation for laboratory fracture induced electromagnetic radiation // Phys. Rev. E, 2002, v. 65, p. 011401—011404.

**Saiang C.** Influence of heat on physical and mechanical properties of selected rock types // Licentiate thesis, Lulea University of Technology, 2011, p. 1—23.

**Wang H.F., Bonner B.P., Carlson S.R., Kowallis B.J., Heard H.C.** Thermal stress cracking in granite // J. Geophys. Res., 1989, v. 94, p. 1745—1759.

**Xiao-li X., Zong-xin K., Ming J., Wen-xuan G., Jing Ch.** Research of microcosmic mechanism of brittle-plastic transition for granite under high temperature // Procedia Earth and Planet. Sci., 2009, v. 1, p. 432—437.

*Рекомендована к печати 16 марта 2016 г.  
М.И. Эповым*

*Поступила в редакцию 3 марта 2015 г.,  
после доработки — 27 октября 2015 г.*