

УДК 531+620.17

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ  
МИКРОКОМПОНЕНТОВ УГЛЕЙ  
МЕТОДОМ НЕПРЕРЫВНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ**

**Е. Л. Коссович, Н. Н. Добрякова, С. А. Эпштейн, Д. С. Белов**

*Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”,  
E-mail: apshtein@yandex.ru,  
Ленинский проспект, 4, 119049, г. Москва, Россия*

Приведены результаты непрерывного индентирования каменных углей разной стадии метаморфизма и антрацита. Измерения выполнены на специально подготовленных образцах, поверхности которых имели разную ориентацию относительно плоскости напластования. Выявлены различия в механическом поведении микрокомпонентов углей и антрацита в разных плоскостях относительно напластования, определены соответствующие значения модулей упругости и твердости. Результаты измерений позволили установить пространственную анизотропию механических свойств витринита и инертинита на микроуровне.

*Уголь, витринит, инертинит, микрокомпоненты, непрерывное индентирование, механические свойства, модуль упругости, твердость, анизотропия*

Для оценки механических свойств углей применяют традиционные методы, основанные на измерении их деформационных характеристик в условиях внешних воздействий (сжатие, растяжение, сдвиг, удар и т. п.) [1]. На достоверность полученных при таких испытаниях показателей в значительной степени влияют качество изготовления образцов, их статистически значимое количество, история образцов (сроки и условия хранения перед испытаниями, предварительная механическая обработка и т. д.) [2–5]. Получаемая на основании этих измерений информация носит интегральный характер и широко применяется в практике проектирования горных работ и мероприятий по их безопасному ведению [6]. Для решения задач прогноза аномальных геодинамических явлений в углепородном массиве важно знать механические свойства углей не только на макро-, но и на микроуровне. Это связано с тем, что уже на этом уровне возникает аномальная концентрация напряжений, зарождение и рост дефектов.

Определение механических свойств микрокомпонентов углей возможно на основе техники непрерывного индентирования. Так, в работе [7] выявлены различия в значениях модулей упругости и твердости для углей с разными свойствами и стадиями метаморфизма, измеренные при глубине внедрения индентора до 10 мкм. Кроме того, приведены результаты измерений указанных величин для разных микрокомпонентов углей. Показано, что инертинит имеет наиболее высокие значения модуля упругости и твердости по сравнению с витринитом и липтинитом.

том. Практически одновременно появились работы, в которых качественно и количественно [8–10] оценены механические характеристики микрокомпонентов углей на микро- и наноуровне. Например, с учетом данных наноиндентирования углей и скретч-тестов с последующим анализом поверхности при помощи Рамановской спектроскопии получены некоторые характеристики распределения поля напряжений в микрокомпоненте витринита после разрушения поверхности царапанием [8]. Впервые выполнены работы по определению механических характеристик отдельных микрокомпонентов углей на тонких шлифах (менее 14 мкм) при работе микроскопов в проходящем свете [9, 10]. Такая методика позволяет четко диагностировать микрокомпоненты углей в процессе индентирования, однако при описании результатов измерений следует учитывать влияние подложки. В [9, 10] показаны существенные различия в значениях модулей упругости и твердости различных микрокомпонентов углей, приведен метод оценки истинных значений модулей упругости микрокомпонентов из системы “образец–подложка”.

Цель настоящей работы — развитие методов непрерывного индентирования для характеристики анизотропии угольного вещества на микроуровне. В качестве объектов исследований использовали твердые горючие ископаемые разных типов — каменные угли низкой и высокой стадии метаморфизма и антрацит. Эксперименты по непрерывному индентированию углей и антрацита осуществлены на поверхностях, имеющих разную ориентацию относительно плоскости напластования — параллельно и перпендикулярно.

#### ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе использованы угли разной степени метаморфизма: каменный низкометаморфизованный уголь № 1, каменный высокометаморфизованный уголь № 2, а также антрацит № 3. Петрографический состав углей и антрацита представлен в табл. 1, где Vt, Svt, I и L — витринит, семивитринит, инертинит и липтинит соответственно.

ТАБЛИЦА 1. Компонентный состав углей

Номер образца	Марка	Месторождение	Петрографический состав, % об.				Показатель отражения витринита $R_0$ , %
			Vt	Svt	I	L	
1	Г	Кузнецкий бассейн	39	31	20	10	0.65
2	ТРОК1	Кузнецкий бассейн	55	15	30	0	1.52
3	А	Донецкий бассейн	85	6	9	0	3.58

Для подготовки образцов отбирали куски углей и антрацита размером не менее 20–30 мм. Определяли в куске направление напластования. При изготовлении образцов не применяли дополнительных связующих и цементирующих добавок, а также механического уплотнения. После выбора плоскостей относительно напластования их обрабатывали путем шлифования и полирования на минералогическом комплексе RotoPol-35 (Struers, Дания). После грубой шлифовки образцы оставляли на воздухе для удаления влаги. Окончательную подготовку поверхности (полирование) проводили с использованием глицерина вместо воды. Подготовленные таким образом образцы имели размеры, сопоставимые с размерами исходных кусков. В связи с конструктивными особенностями прибора для непрерывного индентирования выбирали такие куски, чтобы высота образца для измерений составляла 10–25 мм. Для каждого вида угля и антрацита подготавливали два аншлиф-штуфа: в первом поверхность для исследования была ориентирована параллельно напластованию (тип 1), во втором — перпендикулярно (тип 2).

Измерения проводили на микротвердомере MicroHardness Tester (CSM Instruments, Швейцария), представляющем собой прецизионный твердомер, совмещенный с оптическим микроскопом для выбора области индентирования. В качестве индентора использовали алмазную четырехгранную пирамиду Виккерса с углом  $136^\circ$  между противоположными гранями.

Измерения на указанном приборе выполняли на основе метода непрерывного индентирования [11]. Во время эксперимента в непрерывном режиме осуществляли запись диаграммы нагружения – разгрузки индентора в координатах “сила – глубина внедрения” ( $P$ - $h$  кривая). Типичная диаграмма обычно имеет две ветви, одна из которой соответствует режиму нагружения, вторая — разгрузке (рис. 1). Эти ветви обычно полностью не совпадают, так как кривая нагружения отражает и упругие и пластические деформации материала, в то время как разгрузка, предположительно, проходит упруго [11].

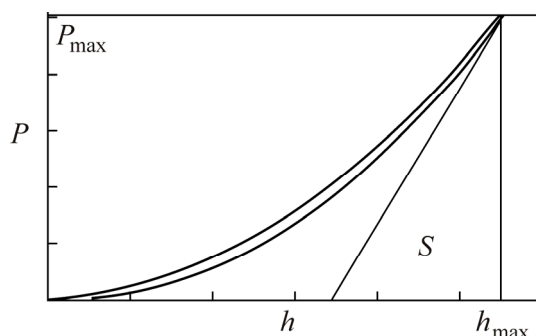


Рис. 1.  $P$ - $h$  диаграмма антрацита

Нахождение модуля упругости материала, а также его твердости проводят путем анализа  $P$ - $h$  кривых [12, 13]. Так, твердость  $H$  рассчитывают по формуле

$$H = \frac{P_{\max}}{A_p}, \quad (1)$$

где  $P_{\max}$  — максимальное усилие, приложенное к индентору;  $A_p$  — аппроксимируемая площадь контакта, заданная для индентора Виккерса выражением

$$A_p = 24.561(h_c + 0.008)^2 + 0.206(h_c + 0.008),$$

здесь  $h_c$  — глубина контакта, определяемая измерением максимальной глубины внедрения индентора ( $h_{\max}$ ) и максимальной приложенной нагрузки:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S},$$

где  $\varepsilon$  — геометрический фактор, индивидуальный для каждого индентора (в случае использованного индентора Виккерса  $\varepsilon = 0.75$ );  $S$  — угол наклона касательной к кривой разгрузки на  $P$ - $h$  диаграмме в точке начала снятия нагрузки:

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{P=P_{\max}, h=h_{\max}}$$

Модуль упругости образца находится по формуле

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}, \quad (2)$$

где  $E_i$  и  $\nu_i$  — модуль упругости и коэффициент Пуассона индентора, равные 1141 ГПа и 0.07 соответственно;  $\nu$  — коэффициент Пуассона образца (в приборе MicroHardness Tester коэффициент Пуассона образца зафиксирован как  $\nu = 0.3$ );  $E$  — модуль упругости образца;  $E^*$  — модуль упругости системы “образец–индентор”, который определяется через выражение для угла наклона касательной к кривой разгрузки  $P$ - $h$  диаграммы ( $S$ ):

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A_p},$$

где  $\beta$  — константа, равная 1.055 [14].

Испытания проводили на разных микрокомпонентах углей — витрините и инертините. Микрокомпоненты идентифицировали с использованием микроскопии, работающей в отраженном свете.

Измерения осуществляли по схеме трапециевидного профиля нагружения (рис. 2а) при максимальной нагрузке образца 500 мН со скоростью 1000 мН/мин и с выдержкой в точке максимальной нагрузки 15 с. Также проводили эксперименты по циклическому нагружению образцов угля № 3 на поверхностях, параллельных и перпендикулярных плоскости напластования. Нагрузку изменяли в диапазоне от 50 до 500 мН по профилю, представленному на рис. 2б.

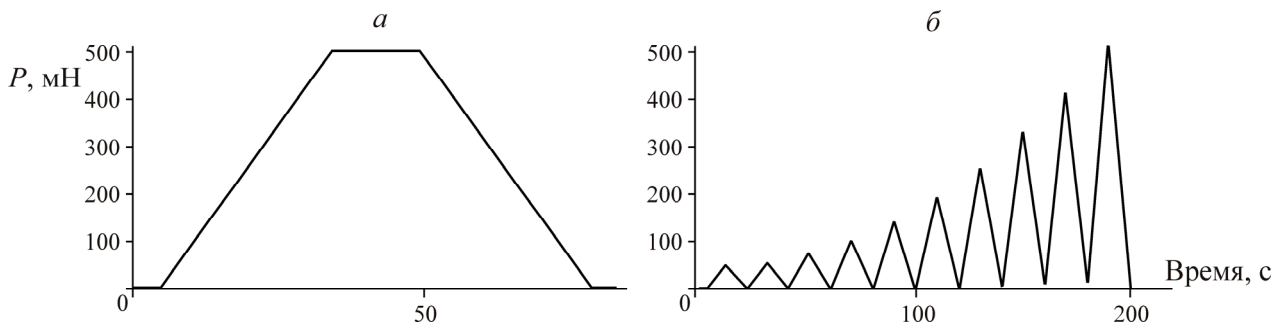


Рис. 2. Профили нагружения образцов: а — однократное приложение нагрузки; б — циклическое

Для каждого микрокомпонента выполняли не менее 10 измерений, фиксировали данные о кривых нагружения – разгрузки ( $P$ - $h$  кривые), а также значения модулей упругости и твердости. На образцах антрацита № 3 измерения проводили только на витрините, так как однозначное распознавание микрокомпонентов инертинита в отраженном свете без иммерсии в антрацитах затруднительно.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В результате проведения экспериментов по индентированию (с максимальной нагрузкой 500 мН) образцов углей и антрацита построены  $P$ - $h$  диаграммы, отражающие характер поведения вещества при механических воздействиях (нагружение – разгрузка) на микроуровне. Вид  $P$ - $h$  кривых для различных микрокомпонентов углей (витринит и инертинит) качественно различается. На рис. 3 приведены кривые, полученные на микрокомпонентах витринита и инертинита угля № 1.

Видно, что разгрузка витринита проходит с эффектом относительного восстановления отпечатка, тогда как на инертините это явление менее выражено, разгрузка происходит с остаточной пластичной деформацией (практически без упругого восстановления отпечатка). Аналогичные закономерности отмечены и для угля № 2. Наиболее близкими к упругому поведению кривыми нагружения – разгрузки являются диаграммы, полученные для витринита из образцов антрацита.

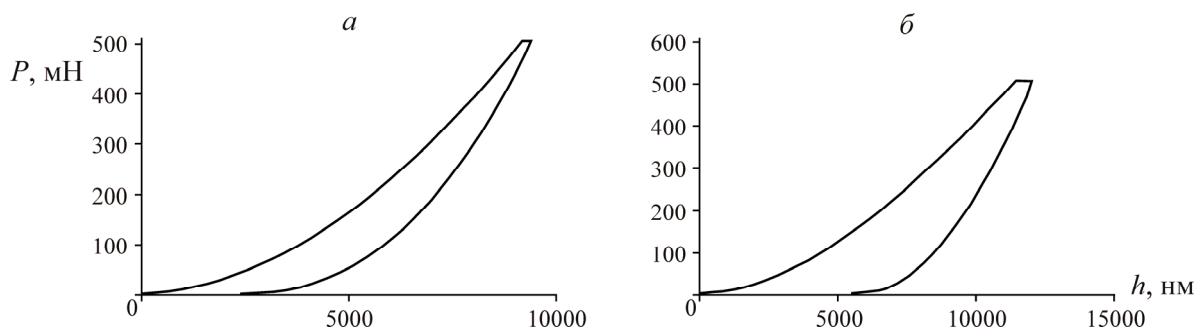


Рис. 3. Кривые нагружения – разгрузки на микрокомпонентах витринита (*а*) и инертинита (*б*): образец № 1, поверхность перпендикулярна напластованию

О различиях в поведении витринита и инертинита при индентировании свидетельствует вид отпечатков (рис. 4). Так, отпечаток на инертините имеет ярко выраженные признаки разрушения.

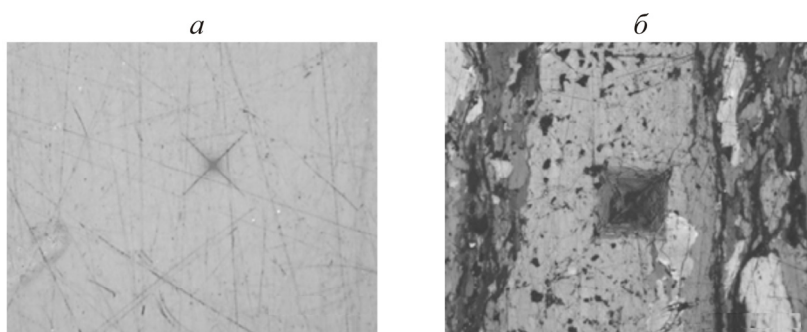


Рис. 4. Характерные отпечатки на микрокомпонентах витринита (*а*) и инертинита (*б*): образец № 1, поверхность перпендикулярна напластованию

Различия в виде кривых нагружения – разгрузки обнаружены также при проведении испытаний на образцах одного и того же угля, поверхности которых были подготовлены параллельно и перпендикулярно направлению напластования (образцы типа 1 и 2). На рис. 5 представлены кривые, полученные для витринита образца угля № 2.

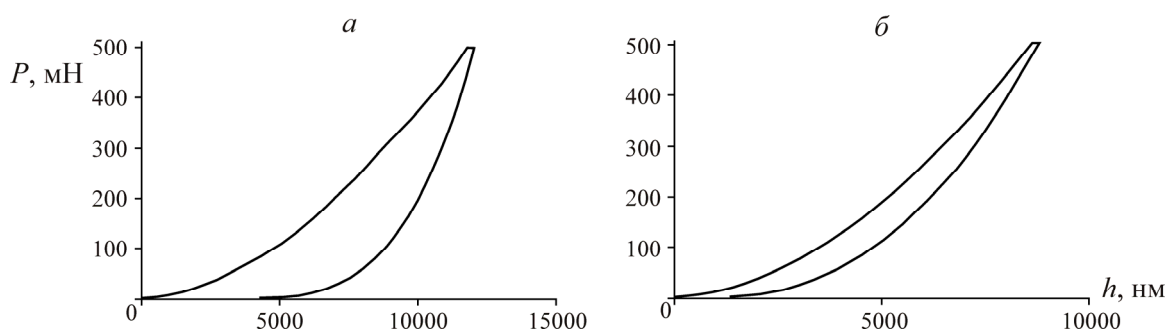


Рис. 5. Кривые нагружения – разгрузки (образец № 2, микрокомпонент — витринит): *а* — образец тип 2; *б* — образец тип 1

Поведение образцов типа 1 при индентировании является более близким к упругому, чем образцов типа 2. Более того, в первом случае (параллельно напластованию) присутствует практически полное восстановление отпечатков (кривая разгрузки в нижней точке максимально приближена к точке начала координат). Аналогичные различия обнаружены для микрокомпонентов витринита образцов угля № 1 и инертинита образцов углей № 1 и № 2.

Особо следует отметить характер поведения образцов антрацита (рис. 6). Замечено, что независимо от направления относительно плоскости напластования, витринит проявляет свойства, наиболее близкие к упругим. Аналогичная картина наблюдалась и при проведении циклического микроиндентирования (рис. 7).

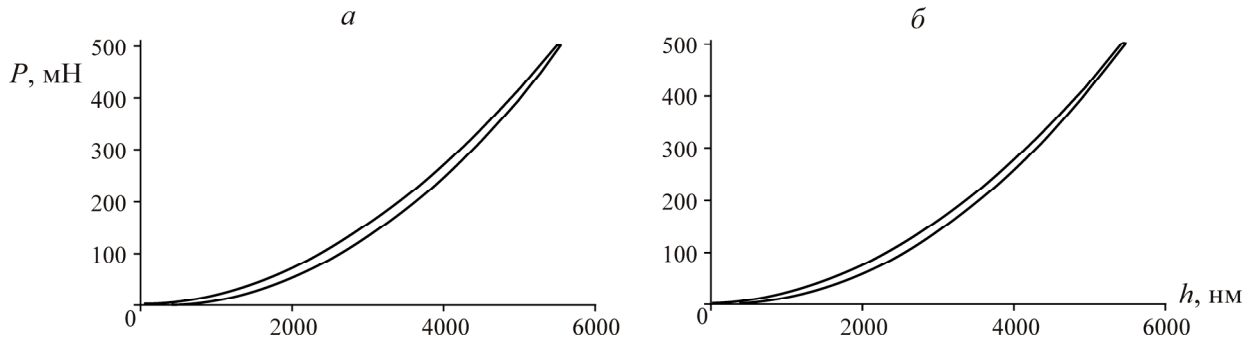


Рис. 6. Кривые нагружения – разгрузки при проведении индентирования образцов антрацита № 3: *a* — тип 2; *б* — тип 1

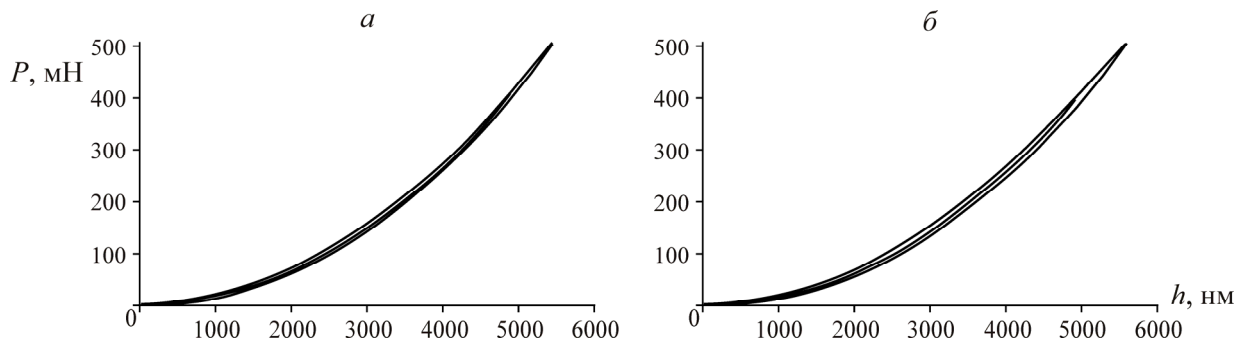


Рис. 7. Кривые нагружения – разгрузки при проведении циклического индентирования образцов антрацита № 3: *a* — тип 2; *б* — тип 1

В табл. 2 приведены значения модулей упругости ( $E$ ) и твердости ( $H$ ), полученные при индентировании с максимальной нагрузкой 500 мН. Видно, что значения модулей различаются для микрокомпонентов витринита и инертинита как в перпендикулярном (тип 2), так и параллельном (тип 1) направлении относительно напластования. Для низкометаморфизованного угля № 1 модуль упругости витринита выше, чем для инертинита. Однако для более высокометаморфизованного угля № 2 модуль упругости витринита становится ниже, по сравнению с инертинитом. Аналогично различаются показатели твердости для микрокомпонентов. При проведении измерений на поверхностях образцов типа 1 разброс значений модулей упругости и твердости выше, чем для образцов типа 2. Эти закономерности описываются величинами среднеквадратического отклонения по выборке (СКО) (см. табл. 2).

Полученные данные также позволяют охарактеризовать различия в значениях модулей упругости и твердости в зависимости от ориентации поверхности индентирования относительно напластования. Так, для всех образцов углей модули упругости микрокомпонентов, измеренные на образцах типа 2, ниже, чем таковые, найденные на образцах типа 1. Исключением является инертинит угля № 2. Значения твердости для углей на образцах типа 1 превышают таковые для соответствующих образцов типа 2, причем в некоторых случаях более чем в 2 раза.

Для антрацита значения модуля упругости и твердости практически не различаются в разных направлениях. Полученные эффекты связаны, скорее всего, с пространственной анизотропией вещества углей, формирующейся в осадочном процессе их образования.

ТАБЛИЦА 2. Значения модулей упругости и твердости микрокомпонентов образцов углей при микроиндентировании (нагрузка 500 мН)

Номер образца	Микрокомпонент	Тип образца	$E$ , ГПа	СКО $E$ , ГПа	$H$ , МПа	СКО $H$ , МПа
1	Витринит	2	3.66	0.08	407.60	0.78
		1	4.89	0.10	697.82	45.07
	Инертинит	2	3.02	0.45	251.70	45.41
		1	4.70	0.09	609.40	53.45
2	Витринит	2	3.30	0.24	209.64	36.30
		1	3.64	0.13	482.25	58.92
	Инертинит	2	4.21	0.02	307.58	6.59
		1	4.06	0.09	335.74	23.53
3	Витринит	2	8.58	0.07	1610.83	44.77
		1	9.04	0.36	1770.37	231.24
	Витринит, циклическое нагружение	2	9.67	0.26	1972.55	145.89
		1	10.46	0.68	2179.75	267.68

Отметим, что изменение значений модулей упругости и твердости микрокомпонентов витринита углей и антрацита в ряду метаморфизма происходит нелинейно. Если при переходе от низко- к высокометаморфизованному углю твердость и модуль упругости снижаются, то для антрацита они существенно увеличиваются. С ростом степени метаморфизма углей значения модулей твердости и упругости, измеренные на поверхностях, перпендикулярных и параллельных напластованию, становятся ближе друг к другу, а для антрацита, в пределах погрешности измерений, можно говорить об их равенстве.

В случае проведения испытаний по циклическому нагружению антрацита № 3 основные закономерности, замеченные при классических экспериментах, сохраняются. Однако значения модулей упругости и твердости, найденные на последнем цикле нагружения – разгрузки, выше, чем таковые при однократном индентировании (в том и другом случае нагрузка составила 500 мН).

## ВЫВОДЫ

Приведены результаты непрерывного индентирования каменных углей разной стадии метаморфизма и антрацита. Получены значения модулей упругости и твердости микрокомпонентов образцов, поверхности которых имели разную ориентацию относительно плоскости напластования.

Показаны качественные и количественные различия механических свойств разных микрокомпонентов углей — витринита и инертинита. Эти различия проявляются как в виде кривых нагружения – разгрузки, так и в характере отпечатков. Значения модулей упругости и твердости разных компонентов углей позволяют судить о нелинейном их поведении в ряду метаморфизма.

Ориентация поверхности индентирования относительно напластования оказывает значительное влияние на результаты измерений. При проведении испытаний на поверхности, параллельной напластованию, поведение компонентов углей и антрацита наиболее близко к упругому. Значения модулей упругости и твердости микрокомпонентов углей и витринита антрацита, измеренные на поверхности, параллельной напластованию, выше, чем на перпендикулярной. Полученные результаты свидетельствуют о различии механических свойств микрокомпонентов углей и антрацита в зависимости от направления индентирования относительно напластования.

Исследования механических свойств микрокомпонентов углей позволят не только выявить локализацию аномальных концентраций напряжений, приводящих к зарождению и росту дефектов, но и оценить особенности межслоевых объемов (пор, пустот и т. п.), которые являются потенциальными коллекторами метана. В перспективе такой подход может быть использован для прогноза газонасыщенности углей и их склонности к разрушению под воздействием полей различной природы. Кроме того, степень изменения механических свойств микрокомпонентов углей под влиянием факторов выветривания может служить одним из информативных признаков их склонности к окислению.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Ломтадзе В. Д.** Физико-механические свойства горных пород. Методы лабораторных исследований — 2-е изд., перераб. и доп. — Л.: Недра, 1990. — 328 с.
2. **Gonzatti C., Zorzi L., Agostini I. M., Fiorentini J. A., Viero A. P., and Philipp R. P.** In situ strength of coal bed based on the size effect study on the uniaxial compressive strength, *Int. J. of Mining Sci. and Technology*, 2014, Vol. 24(6). — P. 747–754.
3. **West R. D., Markevicius G., Malhotra V. M., and Hofer S.** Variations in the mechanical behavior of Illinois bituminous coals, *Fuel*, 2012, Vol. 98. — P. 213–217.
4. **Zhong S., Baitalow F., Nikrityuk P., Gutte H., and Meyer B.** The effect of particle size on the strength parameters of German brown coal and its chars, *Fuel*, 2014, Vol. 125. — P. 200–205.
5. **Zhang Z., Zhang R., Li G., Li H., and Liu J.** The effect of bedding structure on mechanical property of coal, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, Vol. 2014. — P. 1–7.
6. **Проскуряков Н. М.** Управление состоянием массива горных пород. — М.: Недра, 1991. — 368 с.
7. **Kožušniková A.** Determination of microhardness and elastic modulus of coal components by using indentation method, *GeoLines*, 2009, Vol. 22. — P. 40–43.
8. **Manjunath G. L. and Nair R. R.** Implications of the 3D micro scale coal characteristics along with Raman stress mapping of the scratch tracks, *Int. J. of Coal Geology*, 2015, Vol. 141. — P. 13–22.
9. **Epshtein S. A., Borodich F. M., and Bull S. J.** Evaluation of elastic modulus and hardness of highly inhomogeneous materials by nanoindentation, *Applied Physics A*, 2015, Vol. 119(1). — P. 325–335.
10. **Borodich F. M., Bull S. J., and Epshtein S. A.** Nanoindentation in studying mechanical properties of heterogeneous materials, *J. of Min. Sci.*, 2016, Vol. 51(3). — P. 470–476.
11. **Калей Г. Н.** Некоторые результаты испытаний на микротвердость по глубине отпечатка // *Машиноведение*. — 1968. — № 3. — С.105–107.
12. **Булычев С. И., Алехин В. П., Шоршоров М. Х, Терновский А. П., Шнырев Г. Д.** Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания // *Завод. лаб.* — 1975. — № 9. — С. 1137–1140.
13. **Oliver C. and Pharr M.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. of Materials Research*, 1992, Vol. 7(11). — P. 1564–1583.
14. **Cheng Y.-T. and Cheng C.-M.** Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids, *Int. J. of Solids and Structures*, 1999, Vol. 36(8). — P. 1231–1243.

*Поступила в редакцию 22/VI 2016*