2021

УДК 622.02:539.2

# ЗАКОНОМЕРНОСТИ КРИОТЕРМИЧЕСКОГО РАЗРУШЕНИЯ УГЛЕЙ ПО ДАННЫМ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА РЕЗУЛЬТАТОВ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ПРОЗВУЧИВАНИЯ

# В. Л. Шкуратник, П. В. Николенко, П. С. Ануфренкова, С. А. Эпштейн

Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", E-mail: p.nikolenko@misis.ru, Ленинский проспект, 4, 119049, г. Москва, Россия

Исследованы образцы каменного угля и антрацита, подвергнутые циклическому замораживанию-оттаиванию при разных уровнях водонасыщенности. В процессе криотермического воздействия образцы подвергались непрерывному ультразвуковому прозвучиванию. Установлено, что различное содержание влаги существенно влияет на спектральный состав регистрируемых сигналов. Показано, что в контрольных образцах, ненасыщенных влагой, изменение спектрального состава носит обратимый характер, а подобное криотермическое воздействие не приводит к разрушению образцов. Увеличение степени водонасыщенности образцов способствует необратимым изменениям в спектрах сигналов на фоне образования значительных макротрещин вдоль плоскостей напластования. При этом антрациты демонстрируют более высокую стойкость к криодезинтеграции, чем каменные угли.

Уголь, разрушение, циклическое замораживание-оттаивание, ультразвук, продольная волна, спектральная обработка

DOI: 10.15372/FTPRPI20210101

Значительные запасы углей, включая наиболее дефицитные марки, сосредоточены, в основном, в восточных и северных регионах страны, в том числе на территории Крайнего Севера и Арктики [1]. Перевозка и хранение угольной продукции обычно происходят в условиях циклически изменяющихся как положительных, так и отрицательных температур, что влечет за собой изменение механических и потребительских свойств угля.

Влияние температуры на прочность различных горных пород изучалось с середины XX в. В [2] установлено, что фазовые переходы в поровой влаге приводят к возникновению напряжений, которые могут превышать величину горного давления. Результаты исследований [3-9] указывают на то, что горные породы различных генотипов, подвергаемые температурному воздействию, значительно теряют в прочности вплоть до полного разрушения. В обобщении экспериментальных исследований, приведенном в [10-12], указывается, что снижение механической прочности при замораживании связано с содержанием воды, скоростью и продолжительностью замораживания, а также особенностями петрографического состава пород.

Nº 1

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-05-70002).

Отдельно рассматривается влияние циклического замораживания-оттаивания на параметры углей различного происхождения. Качественно механизмы разрушения углей и других типов горных пород во многом схожи, однако развитое поровое пространство, а также высокая степень исходной трещиноватости делают угли крайне чувствительными к перепадам температуры. В некоторых случаях низкую криотермическую стойкость углей используют для повышения их проницаемости при решении задач дегазации пластов. В [13-16] исследуется влияние циклического замораживания-оттаивания с помощью жидкого азота на механические свойства углей и отмечается, что увеличение количества циклов замораживания-оттаивания приводит к нелинейному снижению прочности углей. Помимо прочности, циклическое термическое воздействие также влияет на такие характеристики угля, как проницаемость и склонность к самовозгоранию [17-21]. Это определяет актуальность исследования динамики нарушенности углей в условиях циклически изменяющихся температур.

Для изучения степени дезинтеграции углей, подвергаемых циклическому замораживаниюоттаиванию, используется ограниченный ряд методов. Методы микроскопии позволяют оценить структурные изменения только на поверхности исследуемых образцов [22]. То же в значительной степени относится и к изучению механических свойств поверхности углей методами наноиндентирования [23]. Интегральная оценка наведенной по всему их объему поврежденности возможна с помощью пассивных и активных акустических измерений в ультразвуковом диапазоне частот.

Пассивные методы основаны на измерении основных параметров акустической эмиссии нагружаемых углей, предварительно подвергнутых различным криотермическим воздействиям [24, 25]. Иногда вместо механических используются другие физические воздействия, например, быстрое нагревание образца с одновременным измерением активности акустической эмиссии [26]. Подобный подход позволяет получить информацию о степени дезинтеграции угля, возникшей после циклического термического воздействия. Основной недостаток этого подхода — фактическое разрушение образца после тестового воздействия, что делает невозможным проведение повторных измерений.

Указанного недостатка лишены активные ультразвуковые измерения [27]. Они предполагают анализ изменений кинематических информативных параметров ультразвуковых сигналов в одних и тех же образцах угля при различных режимах криотермических воздействий. Основными являются скорости распространения продольных  $V_p$  и поперечных  $V_s$  упругих волн. В [13] показано, что  $V_p$  экспоненциально снижается с увеличением времени замерзания и количества циклов замораживания-оттаивания образцов угля, а также зависит от содержания влаги. Известно, что скорость распространения упругих колебаний обладает достаточно низкой чувствительностью по отношению к динамике поврежденности геоматериалов [28]. В связи с этим в настоящей работе рассматривается возможность использования альтернативных параметров ультразвуковых сигналов для получения более полной информации о нарушенности образцов угля, подвергаемых циклическому замораживанию-оттаиванию. К таким параметрам относятся спектральные характеристики ультразвуковых сигналов: ширина спектра и частота спектрального максимума [29–31].

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Комплект оборудования для изучения влияния циклического криотермического воздействия на спектральные характеристики продольных волн в образцах угля состоит из лабораторного стенда ультразвуковых испытаний и многофункциональной климатической камеры КТХВ-150 (рис. 1). Акустические преобразователи продольных волн, используемые для прозвучивания, имеют центральную частоту 150 кГц. Передача энергии упругих колебаний на границах "преобразователь – образец" осуществлялась без использования контактных жидкостей для исключения их влияния на параметры сигнала при переходе через температуру замерзания. Дополнительно качество контакта обеспечивалось струбциной, прижимающей преобразователи к противоположным граням образца. В качестве акустической развязки применялся войлок толщиной 10 мм. На излучающий преобразователь подавался сигнал с генератора импульсов амплитудой 300 В. Сигнал, прошедший через образец, поступал с приемного преобразователя на вход аналого-цифрового преобразователя Е20-10 с частотой дискретизации 5 МГц, подключенного к персональному компьютеру. Длина записи составляла 4096 отсчетов (820 мс). Температура контролировалась двумя термопарами. Первая закреплялась в просверленном до центра образца отверстии, где измерялась температура. Отметим, что диаметр отверстия для термопары много меньше длины волны используемых для зондирования упругих импульсов, что исключает его влияние на результаты прозвучивания. Вторая термопара располагалась вне образца и предназначалась для измерения температуры в камере.



Рис. 1. Схема лабораторного стенда: *1* — термопара для измерения температуры внутри образца; 2 — термопара для измерения температуры воздуха в камере; ПП, ИП, АЦП — приемный, излучающий и аналого-цифровой преобразователи

Для циклического замораживания-оттаивания образцов углей использовалась программируемая климатическая камера КТХВ-150 объемом 150 л, диапазон задаваемых температур  $-70 \div 150$  °C (точность поддержания температуры  $\pm 0.5$  °C). Диапазон задаваемой относительной влажности от 20 до 98 % с допустимым отклонением 1-3 %. В камере реализовано воздушное охлаждение рабочей зоны.

Исследования проводились для двух групп образцов углей, отобранных на месторождениях Апсатского (каменный уголь, группа К) и Донецкого (антрацит, группа А) бассейнов. Параметры образцов и усредненные по группам характеристики углей приведены в таблице.

Группа	Образец	Петрографический состав, об. %				Показатели технического анализа, масс. %			Прочность, МПа	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Содержание воды,
		V/H	S	Ι	L	$W^a$	$A^d$	$V^{daf}$			масс. %
К (каменный уголь)	К1	71	13	16	0	0.6	9.0	1.8	15.2	1360	0
	К2										0
	К3										2.0
	К4										2.1
	К5										1.0
	К6										1.2
А (антрацит)	A1	85	6	9	0	1.2	4.3	3.5	22.0	1600	0
	A2										0
	A3										2.3
	A4										2.2
	A5										1.1
	A6										1.2

### Характеристика образцов

Примечание. V — витринит; S — полувитринит; H — гуминит; I — инертинит, L — липтинит;  $W^a$ ,  $A^d$  — влага на аналитическое и зольность на сухое состояние;  $V^{daf}$  — выход летучих веществ на сухое беззольное состояние

Пробы угля отобраны из угольных пластов вне зоны окисления. Сразу после извлечения из пласта образцы помещали в герметичный контейнер для предотвращения процессов окисления. Перед тестированием образцы оставляли на 24 ч при комнатной температуре для удаления внешней влаги. Их подготовка заключалась в шлифовании поверхности до образования двух параллельных граней. Высота всех образцов 50 мм.

Испытания проводились при разных уровнях насыщения образцов водой. Образцы К1, К2, A1, A2 испытывались в сухом состоянии, образцы К3, К4, A3, A4 перед испытанием помещались в воду на 24 ч. Непосредственно перед помещением в климатическую камеру излишки влаги с поверхности образцов удалялись. Образцы К5, К6, A5, A6 также насыщались водой в течение 24 ч, после чего сушились в вакуумной камере до уменьшения уровня влаги до 50 % от максимально достигнутого. Уровень насыщения водой определялся по разнице веса образца до и после насыщения водой.

Образцы помещались в климатическую камеру КТХВ-150, где в них закреплялись термопары, а на их поверхностях надежно фиксировались акустические преобразователи. Далее осуществлялось их циклическое замораживание-оттаивание с амплитудой + 20÷-20 °C и скоростью 2 град/мин. По достижении минимальной (максимальной) температуры образец выдерживался не менее 30 мин для наступления термического равновесия. Проводилось три цикла замораживания-оттаивания, поскольку в [32] показано, что наибольшее влияние на разрушение углей оказывают первые три цикла термического воздействия. На протяжении всего времени нахождения образца в камере проводилось непрерывное прозвучивание ультразвуковыми импульсами. Волновые формы сохранялись на жесткий диск компьютера каждые 5 с. Таким же образом регистрировалась температура в камере и центре образца.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для каждого образца формировалась база волновых форм, синхронизированная со значениями температуры. Обработка сигналов заключалась в вычислении их спектров с применением быстрого преобразования Фурье. Из всех полученных данных создана спектрограмма трехмерное изображение изменений спектра сигнала во времени.

Пример спектрограммы для образца К1 приведен на рис. 2*a*. Для удобства анализа на спектрограмму нанесены графики изменения температуры воздуха в камере и в центре образца. Существенные изменения спектров наблюдаются для образцов, частично или полностью насыщенных водой. На рис. 2*6* показана спектрограмма для образца К3 (максимальное водона-сыщение), на рис. 2*6* — для образца К5 (частичное водонасыщение).



Рис. 2. Пример спектрограммы, полученной для образца К1 (*a*), К3 (б) и К5 (*в*): 1 — температура воздуха в камере; 2 — температура в центре образца

Детальный анализ изменений спектров сигналов возможен с применением различных информативных параметров. Для анализа влияния процессов замораживания-оттаивания углей на затухание продольной волны можно воспользоваться оценкой полной энергии сигнала:

$$E = \int_{0}^{T} A^{2}(t) dt \, ,$$

где *А* — амплитуда сигнала в момент времени *t*; *T* — длительность сигнала.

Значения полной энергии сигналов напрямую коррелируют с затуханием упругих волн в среде и могут служить для интегральной оценки нарушенности образцов угля. На рис. 3 представлены результаты вычислений энергий сигналов для образцов обеих групп, нормированных по максимальным значениям. Для удобства анализа значения энергий для однотипных образцов в одинаковых условиях (например, для образцов К1 и К2) усреднялись. Границы положительных и отрицательных температур даны на основании температуры внутри образца.



Рис. 3. Нормированные энергии сигналов для образцов групп К (*a*) и А (б): 1 — сухой образец; 2 — максимальное водонасыщение; 3 — водонасыщение 50 %

Ширина спектра — важный параметр спектрального анализа. В [33] отмечается сужение спектра с увеличением степени нарушенности породы. Это объясняется тем, что новообразованные трещины выступают в качестве фильтров нижних частот. При анализе реальных ультразвуковых сигналов, прошедших через такую дефектную среду, как уголь, классические методы оценки ширины спектра не всегда применимы ввиду возникновения множества локальных спектральных максимумов на разных частотах. В настоящей работе для оценки ширины спектра корреляции сигнала

$$\tau_k = \frac{1}{B(0)} \int_0^\infty B(\tau) d\tau \,,$$

здесь  $B(\tau)$  — автокорреляционная функция. Увеличение  $\tau_k$  свидетельствует о сужении спектра, снижение  $\tau_k$  характерно для увеличения ширины спектра. На рис. 4 представлены результаты расчета  $\tau_k$  для всех испытанных образцов угля.



Рис. 4. Нормированные интервалы корреляции сигналов для образцов групп К (*a*) и А (б): 1 — сухой образец; 2 — максимальное водонасыщение; 3 — водонасыщение 50 %

Циклическое замораживание-оттаивание существенно влияет на спектральные характеристики ультразвуковых сигналов (см. рис. 2-4). Изменения спектральной композиции продольных волн в образцах угля — следствие двух основных факторов: фазовой трансформации воды и повышения уровня дефектности образца (образования новых трещин или роста существующих) по причине возникновения внутренних растягивающих напряжений при образовании льда. Первый фактор ведет к обратимым изменениям и проявляется в виде циклического изменения спектральных характеристик сигналов с горизонтальным трендом. Пример такого циклического изменения — на рис. 2 в виде отчетливо проявляющегося смещения максимума спектра на частоте 150 кГц в область высоких частот при переходе в зону отрицательных температур. Смещение носит плавный циклический характер, полностью восстанавливая исходные значения по завершении цикла замораживания-оттаивания. Амплитуда смещения составляет ≈15 кГц. Существенных изменений в энергии сигналов не наблюдается (рис. 3). При таком режиме криотермического воздействия в угле не происходит массового образования макродефектов. Смещение частоты спектра вызвано фазовым переходом остаточной влаги. Уменьшение поглощения энергии ультразвуковых колебаний в замороженной воде [34] обусловливает меньшее затухание сигнала и, как следствие, повышение доли высокочастотных составляющих в спектрах.

Для образцов с максимальным водонасыщением характерно кардинальное изменение спектрального состава сигналов. Из рис. 26 видно, что изменения происходят скачкообразно в промежуток времени между началом промерзания поверхности образца и его полным промерзанием. Выделяется резкое проявление центральной частоты спектра на уровне 150 кГц при переходе в зону отрицательных температур (рис. 26), существенное снижение энергии акустических импульсов при переходе от отрицательных к положительным температурам (рис. 3), а также сужение спектра при нахождении образца в зоне отрицательных температур (рис. 4). Отличительная особенность — нециклический характер изменения спектров. Это отчетливо видно по изменению энергии сигналов и ширины спектров (рис. 3, 4). Так, после первого цикла замораживания-оттаивания для образцов каменного угля энергия сигналов уменьшается на 60% от начального значения. После второго цикла происходит снижение дополни-

тельно на 20%. Для образцов антрацита снижение менее выражено (8% после первого цикла и дополнительно 2% после второго). Необратимые изменения указывают на возникновение макротрещин вдоль напластования, наиболее ярко выраженных в образцах каменных углей. Такое различие согласуется с последними результатами изучения прочности различных видов углей методом непрерывного индентирования [35].

Для образцов с частичным водонасыщением характерно резкое изменение спектральных характеристик при переходе в отрицательную область температур. В отличие от образцов с максимальным водонасыщением, эти изменения носят преимущественно циклический обратимый характер. Энергия импульсов практически не снижается с ростом циклов замораживанияоттаивания (рис. 3). Очевидно, это связано с отсутствием возникновения значимых трещин, способных привести к росту затухания ультразвуковых импульсов, при этом снижение интервала корреляции (сужение спектра) указывает на образование ограниченного количества новых дефектов, выступающих в качестве фильтров нижних частот (рис. 4). Если для упрощения принять форму таких дефектов за изометрическую, то их характерный размер *R* можно оценить из выражения  $R \sim V_p / 20 f_s$ , где  $f_s$  — частота среза, на которой колебания в среде практически перестают распространяться из-за рассеяния на дефектах с характерным размером *R* [36].

Потеря амплитуд для частично водонасыщенных образцов происходит на частоте ~ 275 кГц (рис. 2*в*, белые прямоугольники). При  $V_p = 2000$  м/с значение  $R \approx 0.3$  мм. Пространственную ориентацию и расположение таких дефектов можно оценить только с использованием более сложных акустических методов, например многоканальной ультразвуковой томографии.

## выводы

Вид угля и степень водонасыщения образцов существенно влияют на их устойчивость к циклическому замораживанию-оттаиванию. Для сухих образцов углей характерно обратимое циклическое изменение спектров сигналов, что свидетельствует об отсутствии образования значительных дефектов. Увеличение содержания влаги в образцах до 1 % не приводит к росту затухания сигналов, однако потеря части высокочастотных составляющих в спектрах сигналов свидетельствует об образовании малых по размеру дефектов. Увеличение содержания влаги до 2 % приводит к необратимым изменениям спектральных характеристик продольных волн на фоне образования трещин вдоль плоскостей напластования. При этом более однородный антрацит показывает большую устойчивость к циклическому криотермическому воздействию.

Применение ультразвукового прозвучивания в сочетании со спектральной обработкой сигналов может использоваться для прогноза дезинтеграции углей в процессе транспортировки, а также для экспресс-анализа уровня содержания влаги в угле, находящемся в условиях отрицательных температур. Полученные результаты — экспериментальный базис для разработки новых подходов к изучению криотермического разрушения углей при решении задач дегазации пластов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- **1. Угольная база** России. Т. 1 / под ред. А. А. Тимофеева и др. М.: ЗАО "Геоинформмарк", 2000. 483 с.
- Winkler E. M. Frost damage to stone and concrete: geological considerations, J. Eng. Geol., 1968, Vol. 2, No. 5. — P. 315–323.

- **3.** Finnie I., Cooper G. A., and Berlie J. Fracture propagation in rock by transient cooling, Int. J. of Rock Mech. and Min. Sci. and Geomech. Abstracts, 1979, Vol. 16, No. 1. P. 11–21.
- **4.** Nicholson D. T. and Nicholson F. H. Physical deterioration of sedimentary rocks subjected to experimental freeze-thaw weathering, Earth Surface Proc. and Landforms, 2000, Vol. 25, No. 12. P. 1295–1307.
- 5. Федорова Л. Л., Куляндин Г. А., Саввин Д. В. Исследования геокриологических параметров массива горных пород для прогнозирования развития негативных криогенных процессов // ФТПРПИ. — 2019. — № 6. — С. 183–192.
- **6.** Сукнев С. В. Влияние температуры и степени водонасыщения на изменение упругих свойств скальных пород при переходе из талого в мерзлое состояние // ФТПРПИ. 2019. № 2. С. 14–22.
- 7. Захаров Е. В. Удельные показатели разрушения скальных пород под влиянием криогенного выветривания // ГИАБ. 2016. № S21. C. 90–100.
- Lin J., Ren T., and Wang G. Simulation investigation of N<sub>2</sub>-injection enhanced gas drainage: model development and identification of critical parameters, J. Nat. Gas Sci. and Eng., 2018, Vol. 55. P. 30–41.
- **9.** Назарова Л. А., Назаров Л. А., Голиков Н. А. Оценка реологических свойств пород-коллекторов пластов Баженовской свиты по данным термобарических испытаний // ФТПРПИ. 2017. № 3. С. 22–28.
- 10. Dwivedi R. D., Soni A. K., Goel R. K., and Dube A. K. Fracture toughness of rocks under sub-zero temperature conditions, Int. J. of Rock Mech. and Min. Sci., 2000, Vol. 37, No. 8. P. 1267–1275.
- 11. Aoki K., Hibiya K., and Yoshida T. Storage of refrigerated liquefied gases in rock caverns: characteristics of rock under very low temperatures, Tunnel. and Underground Space Technol., 1990, Vol. 5, No. 4. P. 319–325.
- 12. Cai C., Li G., Huang Z., Shen Z., Tian S., and Wei J. Experimental study of the effect of liquid nitrogen cooling on rock pore structure, J. Nat. Gas Sci. and Eng., 2014, Vol. 21, No. 11. P. 507–517.
- **13.** Qin L., Zhai C., Liu S., and Xu J. Factors controlling the mechanical properties degradation and permeability of coal subjected to liquid nitrogen freeze-thaw, Sci. Reports, 2017, Vol. 7, No. 1. P. 3675.
- 14. Cai C., Li G., Huang Z., Tian S., Shen Z., and Fu X. Experiment of coal damage due to supercooling with liquid nitrogen, J. Nat. Gas Sci. and Eng., 2015, Vol. 22. P. 42–48.
- Cai C., Gao F., Li G., Huang Z., and Hou P. Evaluation of coal damage and cracking characteristics due to liquid nitrogen cooling on the basis of the energy evolution laws, J. Natural Gas Sci. and Eng., 2016. Vol. 29. — P. 30–36.
- 16. Qin L., Zhai C., Liu S., Xu J., Yu G., and Sun Y. Changes in the petrophysical properties of coal subjected to liquid nitrogen freeze-thaw. A nuclear magnetic resonance investigation, Fuel, 2017, Vol. 194. P. 102–114.
- 17. Zhai C., Wu S., Liu S., Qin L., and Xu J. Experimental study on coal pore structure deterioration under freeze thaw cycles, Env. Earth Sci., 2017, Vol. 76, No. 15. P. 507.
- Liu S. Q., Sang S. X., Liu H. H., and Zhu Q. P. Growth characteristics and genetic types of pores and fractures in a high-rank coal reservoir of the southern Qinshui basin, Ore Geol. Rev., 2015, Vol. 64, No. 1. — P. 140–151.
- **19.** Yu Y., Liang W., Hu Y., and Meng Q. Study of micro-pores development in lean coal with temperature, Int. J. of Rock Mech. and Min. Sci., 2012, Vol. 51. P. 91–96.
- 20. Sun Y., Zhai C., Qin L., Xu J., and Yu G. Coal pore characteristics at different freezing temperatures under conditions of freezing-thawing cycles, Env. Earth Sci., 2018, Vol. 77, No. 13. P. 525.
- Deng J., Xiao Y., Li Q., Lu J., and Wen H. Experimental studies of spontaneous combustion and anaerobic cooling of coal, Fuel, 2015, Vol. 157. P. 261–269.

- 22. Zhang G., Ranjith P. G., Perera M. S. A., Lu Y., and Choi X. Quantitative analysis of micro-structural changes in a bituminous coal after exposure to supercritical CO<sub>2</sub> and water, Nat. Resources Research, 2019, Vo. 28, No. 4. P. 1505–1520.
- 23. Kossovich E., Epshtein S., Dobryakova N., Minin M., and Gavrilova D. Mechanical properties of thin films of coals by nanoindentation, Springer Geol., 2018. P. 45-50.
- 24. Qin L., Zhai C., Liu S., Xu J., Tang Z., and Yu G. Failure mechanism of coal after cryogenic freezing with cyclic liquid nitrogen and its influences on coalbed methane exploitation, Energy and Fuels, 2016, Vol. 30, No. 10. P. 8567–8578.
- 25. Qin L., Zhai C., Liu S., and Xu J. Mechanical behavior and fracture spatial propagation of coal injected with liquid nitrogen under triaxial stress applied for coalbed methane recovery, J. Eng. Geol., 2018, Vol. 233. P. 1–10
- 26. Novikov E. A., Shkuratnik V. L., Zaytsev M. G., and Oshkin R. O. Changes in properties and state of coal exposed to freeze-thaw weathering: Evidence from thermally induced acoustic emission, Earth's Cryosphere, 2018, Vol. 22, No. 4. P. 76–85.
- 27. Hayat M. B., Ur Rehman A., Ali D., Saleem A., and Mustafa N. Developing empirical models for uniaxial compressive strength prediction by using non-destructive test results, J. Min. Sci., 2019, Vol. 55, No. 6. — P. 883–892.
- 28. Шкуратник В. Л., Николенко П. В., Кошелев А. Е. Зависимость скорости распространения и амплитуды продольных упругих волн от напряжений при различных режимах нагружения образцов каменного угля // ФТПРПИ. 2016. № 5. С. 48–53.
- **29.** Santos C. A., Urdaneta V., Jaimes G., and Trujillo L. Ultrasonic spectral and complexity measurements on brine and oil saturated rocks, J. Rock Mech. and Rock Eng., 2010, Vol. 43, No. 3. P. 351–359.
- **30.** Shamina O. G. and Palenov A. M. Elastic wave spectra and fracture, Izvestiy, Phys. Solid Earth, 2000, Vol. 36, No. 3. P. 196–203.
- **31.** Назаров С. А. Аномалии рассеяния акустических волн вблизи точек отсечки непрерывного спектра (обзор) // Акустический журн. 2020. № 66 (5). С. 489–508.
- **32.** Nikolenko P. V., Epshtein S. A., Shkuratnik V. L., and Anufrenkova P. S. Experimental study of coal fracture dynamics under the influence of cyclic freezing–thawing using shear elastic waves, Int. J. of Coal Sci. and Technol., 2020, https://doi.org/10.1007/s40789-020-00352-x.
- **33.** Remy J. M., Bellanger M., and Homand-Etienne F. Laboratory velocities and attenuation of P-waves in limestones during freeze-thaw cycles, Geophysics, 1994, Vol. 59, No. 2. P. 245–251.
- 34. Дучков А. Д., Дугаров Г. А., Дучков А. А., Дробчик А. Н. Лабораторные исследования скорости и поглощения ультразвуковых волн в песчаных образцах, содержащих воду/лед, гидраты метана и тетрагидрофурана // Геология и геофизика. 2019. Т. 60. № 2. С. 230–242.
- **35.** Коссович Е. Л., Добрякова Н. Н., Эпштейн С. А., Белов Д. С. Определение механических свойств микрокомпонентов углей методом непрерывного индентирования // ФТПРПИ. 2016. № 5. С. 84–91.
- **36.** Sarout J. Impact of pore space topology on permeability, cut-off frequencies and validity of wave propagation theories, J. Geophysical, 2012, Vol. 189, No. 1. P. 481–492.

Поступила в редакцию 28/XII 2020 После доработки 14/I 2021 Принята к публикации 15/I 2021