

УДК 553.041

О РЕГИСТРАЦИИ ФРАКТОЭМИССИИ ОБРАЗЦОВ СИНТЕТИЧЕСКИХ МИНЕРАЛЬНЫХ СПЛАВОВ В УСЛОВИЯХ ОДНООСНОГО СЖАТИЯ

Игнатова А.М., Артемов А.О., Мерзляков А.Ф., Игнатов М.Н.

ФГБОУ ВПО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», Пермь, e-mail: ignatovaanna2007@rambler.ru, artemoff87@mail.ru, merzlyakov@psu.ru, ignatovaanna2007@rambler.ru

В статье рассматривается вопрос диагностики напряженно-деформированного состояния синтетических минеральных сплавов (сминалов), предложен метод без использования специфических приспособлений проводить диагностику *in suite*. Метод основан на регистрации и исследовании частиц, отслаивающихся в процессе деформирования от материала, предполагает осаждение этих фрактоэмиссионных частиц в воде и дальнейшее исследование полученных растворов. Анализ производился по методу ФКС. Поскольку частицы не взаимодействуют с водой, после анализа по методу ФКС. В статье представлена подробная схема метода для лаборатории и для непосредственных измерений. Установлено, что при одноосном сжатии сминалов с добавлением хромита фрактоэмиссионные частицы имеют размер 83–300 нм, а при сжатии сминалов на основе техногенных отходов – 105–430 нм, в зависимости от нагрузки.

Ключевые слова: петруггия, каменное литье, рециклинг, диагностика, напряженно-деформированное состояние, фрактоэмиссия, метод

SAMPLES OF REGISTRATION FRAKTOEMISSII SYNTHETIC MINERAL ALLOYS UNDER UNIAXIAL COMPRESSION

Ignatova A.M., Artemov A.O., Merzlyakov A.F., Ignatov M.N.

Permskij nacional'nyj issledovatel'skij politehnicheskij universitet, Perm, e-mail: ignatovaanna2007@rambler.ru, artemoff87@mail.ru, merzlyakov@psu.ru, ignatovaanna2007@rambler.ru

The article deals with diagnosis of the stress-strain state of synthetic mineral alloys (siminals), a method without the use of specific tools to diagnose *in suite*. The method is based on the detection and following loose particles during deformation of the material involves deposition of these particles in water fraktoemissive and further study the resulting solutions. The analysis was performed by the method of the FCC. Since the particles do not interact with water, after analysis by the method the FCC. The article presents a detailed outline of the method for the laboratory and for direct measurement. Found that under uniaxial compression siminals adding fraktoemissive chromite particles have a size of 83–300 nm, and with compression siminals based industrial waste 105–430 nm, depending on the load.

Keywords: petrurgiya, stone molding, recycling, diagnosis, pre-stressed state, fractals emission method

Исчерпывающие данные о механических свойствах и деформационном поведении материалов являются необходимым условием принятия эффективных технологических решений относительно их применения и эксплуатации. Перспективным направлением развития методик оценки механических свойств и напряженно-деформационного состояния является регистрация наиболее ранних структурных процессов в материале, например, с помощью улавливания эмиссионных явлений [1, 2].

Известны методы регистрации акустической эмиссии [3, 4], возникающей в материале при микроскопических перемещениях и разрушениях, однако в большинстве случаев для качественного результата таких исследований необходимо совмещать их с классическими деформационными исследованиями, что значительно снижает производительность таких исследований. Перспективнее регистрировать более ранние стадии деформации и разрушения фрактоэмиссией, что стало возможным после открытия явления фрактоэмиссии в 1962 году [5]. В связи с этим, в настоящее время ак-

туальным направлением является регистрация фрактоэмиссии и использование таковых данных для оценки напряженно-деформационного состояния материала.

Материалы и методы исследования

Целью работы является регистрация фрактоэмиссии сминалов для оценки их напряженно-деформированного состояния в условиях одноосного сжатия.

Сминалы являются геоподобными материалами [6], состоящими из минеральных фаз, сформированных из оксидов кремния, натрия, магния, марганца и других основных металлов и неметаллов. Структурные составляющие сминалов обладают разной степенью упорядоченности и имеют между собой сложную иерархическую структуру [7]. Синтезируют данные материалы из огненно-жидких расплавов по технологии каменного литья [8]. Сминалы в высокой степени анизотропные материалы.

Среди всех механических характеристик сминалов наиболее привлекательными являются высокая твердость и прочность при сжатии [9]. Однако, если величина твердости является более или менее стабильным параметром и составляет 7–8 баллов по шкале Мооса, то величина прочности при сжатии имеет широкий интервал значений 180–260 МПа и, как правило, носит индивидуальный характер

даже в рамках материала одинакового состава [10]. Эти особенности заключаются в том, что в процессе деформирования основные элементы строения – кремнекислородные тетраэдры – склонны изменять угол взаимного поворота, чем объясняется и явление «стрельяния» симиналов в процессе воздействия на них статических сжимающих нагрузок [11]. Данное явление в условиях сжатия подразумевает резкое отделение частиц в форме линзообразных пластинок с поверхности материала в наиболее напряженном участке. Данное явление рассматривалось как предвестник разрушения. Также предвестником разрушения и признаком деформационно-напряженного состояния является визуально заметное отшелушивание частиц материала с его поверхности. Разумеется, при таких процессах от поверхности материала отделяются не только визуально идентифицируемые частицы, но и мельчайшие пылевидные образования, которые и являются признаками фрактоэмиссии.

Сущность явления фрактоэмиссии, как она представляется сегодня, сводится к следующему. При деформировании твердого тела в нем происходит зарождение и рост дефектов и субмикротрещин. Дальнейшее разрастание трещин приводит к макроскопическому разрушению материала. При росте трещин материал, а точнее, вершина и створки трещин становятся «источником» низкомолекулярных летучих продуктов. Регистрируемые летучие продукты относят к двум основным типам. Это продукты, обусловленные разрывами межатомных связей в твердом теле, и примеси, присутствующие в любом материале. То есть фрактоэмиссию можно обнаружить при деформировании любого материала, и в том числе симиналов.

Для того чтобы обнаружить начальные стадии деформирования и разрушения симиналов необходимо зафиксировать фрактоэмиссионные явления. Известен метод, позволяющий зафиксировать наличие и характеристики частиц, отделяющихся от поверхности материала в измерительном объеме с помощью лазерного луча или счетчика аэрозольных частиц. Данный метод, разумеется, высокопроизводителен,

но обладает рядом недостатков. Прежде всего эмиссионные частицы могут быть только обнаружены, но не могут быть собраны и изучены для дальнейших исследований более подробно другими методами, например, для установления морфологии и состава.

Для достижения цели настоящего исследования, а именно регистрации фрактоэмиссии и сбора частиц для дальнейших исследований, было принято решение осаждать частицы в водной среде (дистиллированной воде).

Суть эксперимента заключалась в следующем (рис. 1, а). В образце 1 симинала кубической формы просверливали сквозное отверстие 2 диаметром, равным 1/4 или 1/3 от высоты образца, данное отверстие использовали в качестве измерительного объема. Затем отверстие тщательно промывали дистиллированной водой технической чистоты для удаления частиц, образовавшихся в процессе резания, после образцы тщательно просушивали. К отверстиям в образце присоединяли пластиковые трубки 4 и 8, одна из которых сообщалась с сосудом с дистиллированной водой высокой частоты 9, а другая – с кюветой для сбора пробы 6. Место соединения с трубками герметизировали 10. Перед началом испытания образец с присоединенными трубками помещали между прижимными плитами лабораторного пресса 3 (УИМ Zwick – Z250). Трубку для подачи воды в отверстие соединяли с резервуаром с водой 9, объем резервуара составлял 5 мл, в то же время на пробоотборной трубке был установлен зажим, чтобы вода заполнила отверстие, а не выливалась преждевременно в кювету для отбора пробы. Затем на образец оказывали воздействие сжимающей нагрузки, равной половине предела прочности, установленного ранее экспериментально. В результате образец не разрушался, а эмиссия частиц происходила, частицы осаждались в воду, заполняющую отверстие. После окончания действия нагрузки и удаления зажима вода из отверстия и из резервуара 9, с которым она сообщалась, по пробоотборной трубке 4 поступала в кювету 6. Затем жидкость в кювете отправляли на анализатор растворов 5.

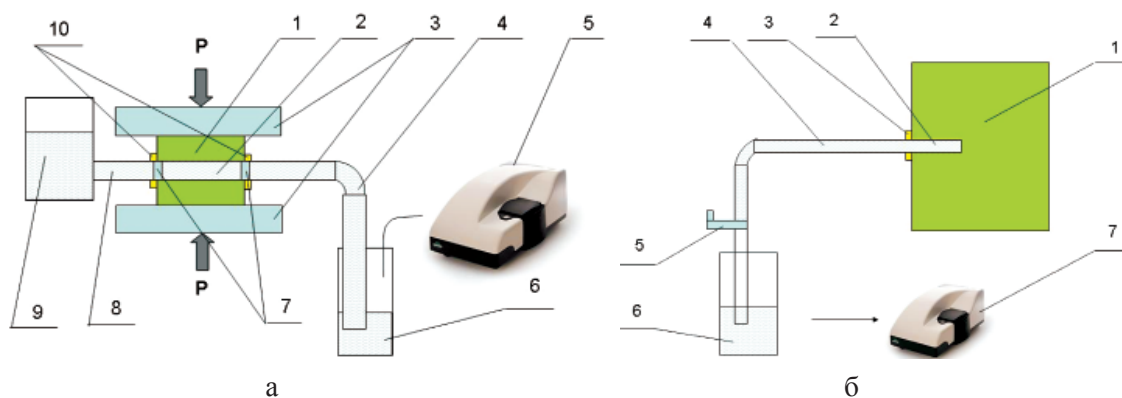


Рис. 1. Принципиальная схема метода регистрации фрактоэмиссии в условиях одноосного сжатия:

- а – лабораторный эксперимент; б – схема для реализации метода при оценке состояния конструкции и сооружений; 1 – образец исследования; 2 – сквозное отверстие в образце (шпур); 3(а) – прижимные плиты лабораторного пресса или испытательной установки; 3(б) – герметичная заглушка; 4 – пробоотборная трубка; 5(а) – анализатор растворов; 5(б) – зажим; 6 – кювета; 7(а) – границы трубок; 7(б) – анализатор растворов; 8 – трубка для подачи воды в отверстие; 9 – резервуар для наполнения трубок водой и компенсации перемещения жидкости в процессе испытания; 10 – герметичное соединение

В качестве анализатора использовали установку Zetasizer Nano Z. Это оборудование позволяет анализировать растворы, применяя метод фотонной корреляционной спектроскопии (ФКС), который подразумевает просвечивание раствора узким лучом света монохроматического, когерентного источника, то есть лучом лазера с одной длиной волны λ_0 в вакууме. Свет, рассеянный диспергированными частицами, когерентно детектируется на угле θ по отношению к направлению начального распространения. Поскольку частицы находятся в постоянном броуновском и/или тепловом движении, будут наблюдаться флуктуации интенсивности светорассеяния $I(t)$ во времени. Таким образом, анализ этих флуктуаций интенсивности как функции времени позволяет получить информацию о характере движения диспергированных частиц и об их размере.

В среднем на исследование одного образца без учета пробоподготовки может быть затрачено не более 30 мин, что вполне позволяет рекомендовать предложенную схему как экспресс-методику.

Результаты исследования и их обсуждение

По этой схеме исследований использовали образцы двух типов симиналов – симинал на основе доменного шлака (состав, %: SiO_2 – 27,8; TiO_2 – 11,13; Al_2O_3 – 14,3; MgO – 8,5; CaO – 35,3) и симинал с добавлением хромита (состав, %: SiO_2 – 47,00; TiO_2 – 1,27; Al_2O_3 – 12,02; MgO – 10,78; CaO – 10,66; Cr_2O_3 – 2,45), предел прочности при сжатии которых составил 140–200 и 200–250 МПа соответственно. Образцы имели кубическую форму, их габариты составляли 25×25×25 мм, диаметр отверстия составил $\varnothing 6$ мм, отверстие располагали по середине грани.

Анализ полученных образцов растворов подтвердил, что они являются коллоидными жидкостями, содержащими мелкодисперсные частицы, а это указывает на то, что мы зафиксировали явление фрактоэмиссии. При анализе растворов установлено, что фрактоэмиссионные частицы для разных симиналов имеют различный размер, а при разной нагрузке изменяется их концентрация. Так, для симинала, синтезированного с добавлением хромитовой руды, при нагрузке 60 МПа характерно образование частиц размером 83–100 нм, их концентрация в растворе составила 5%, относительно всей твердой оставляющей – 80%, а при нагрузке 100 МПа их размер составил 280–300 нм, концентрация относительно раствора – 10%, а относительно всего объема частиц 46% (рис. 2). Для симиналов на основе шлаков при нагрузке 60 МПа характерно образование частиц размером 430–450 нм, их концентрация относительно всей доли твердых частиц составила 67%, относительно всего раствора – 20%, а для нагрузки 100 МПа 105–132 нм

их концентрация в растворе составила 9%, а относительно всей твердой оставляющей – 53% (рис. 3).

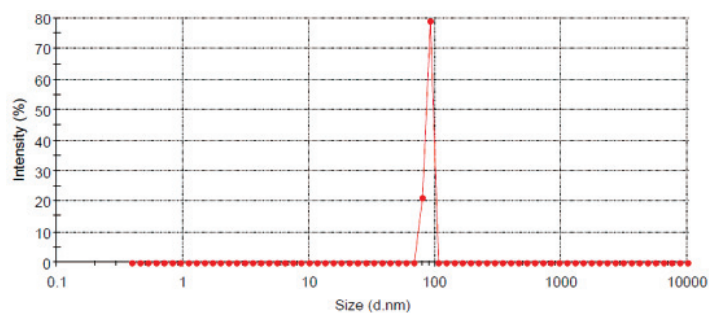
В исследованных растворах обнаружены и более крупные частицы, однако они, по нашему мнению, не относятся к продуктам фрактоэмиссии, а потому их при исследовании не учитывали.

При анализе растворов обнаружено, что при деформировании симинала с добавлением хромита размер частиц увеличивался, а при деформации шлаковых симиналов – уменьшался. Данное явление можно объяснить с той точки зрения, что это является проявлением анизотропии, так как при изготовлении образцов не учитывался характер кристаллизации, а следовательно, и состояние структуры каждого из них.

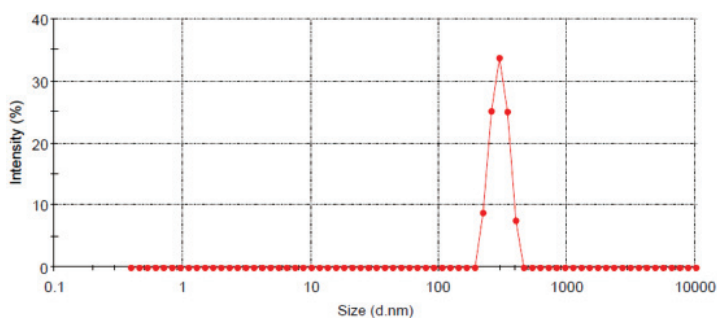
На основе полученных результатов можно утверждать что данный метод является перспективным для оценки напряженно-деформированного состояния материалов с помощью регистрации фрактоэмиссии в условиях одноосного сжатия, в том числе симиналов. Способ, предложенный выше, по сути дополняет известный способ, так же как и в известном способе мы предлагаем регистрировать фрактоэмиссию. Суть способа заключается в следующем (рис. 1, б). В исследуемом объекте 1 просверливается небольшой по диаметру 10–13 мм глухой канал 2 глубиной 15–20 мм, к отверстию присоединяется пробоотборная трубка 4, место соединения трубки и отверстия герметизируется 3, трубка заполняется водой, на нее устанавливается зажим 5, таким образом чтобы в отделенном зажимом пространстве была не только вода, но и некоторое свободное пространство для компенсации наличия влияния на сжатие статической жидкости. После воздействия на объект жидкость сливается в кювету 6 и отправляется на анализ 7.

Заключение и выводы

Данный метод позволяет без использования специфических приспособлений проводить диагностику *in suite*, что и является его основным преимуществом. Кроме того, полученные растворы фрактоэмиссионных частиц могут быть исследованы дополнительно. Поскольку частицы не взаимодействуют с водой, после анализа по методу ФКС жидкость может быть выпарена, а твердые частицы изучены методом электронной микроскопии. В дальнейшем авторами планируется использовать метод для решения более фундаментальных задач, а именно производить деформирование с регистрацией фрактоэмиссии при меньших нагрузках для оценки пластических характеристик симиналов.

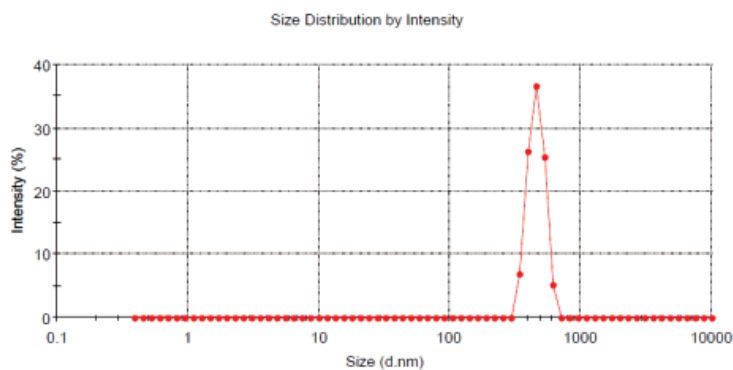


а

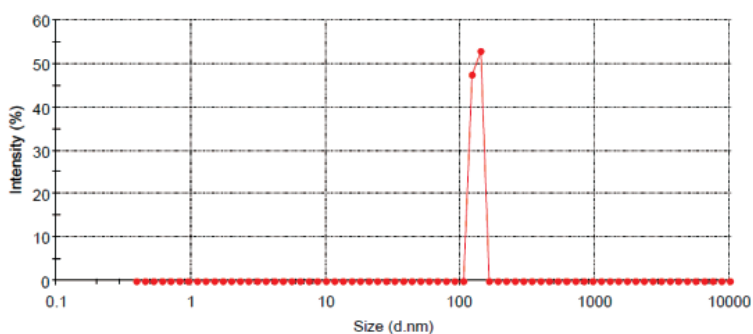


б

Рис. 2. Результаты оценки размера частиц при деформировании симиналов с добавлением хрома: а – 60 МПа, б – 100 МПа



а



б

Рис. 3. Результаты оценки размера частиц при деформировании шлаковых симиналов: а – 60 МПа, б – 100 МПа

Таким образом, для регистрации фрактоэмиссии образцов симиналов предложен метод оценки напряженно-деформиро-

ванного состояния материалов в условиях одноосного сжатия. Установлено, что при одноосном сжатии симиналов с добавле-

нием хромита фрактоэмиссионные частицы имеют размер 83–300 нм, а при сжатии симиналов на основе техногенных отходом – 105–430 нм, в зависимости от нагрузки. Предложена схема метода диагностики *in suite* и определены перспективы развития метода для исследовательских целей.

Список литературы

1. Грешников В.А., Дробот Ю.Б. Акустическая эмиссия – М.: Изд-во Стандартов, 1976. – 324 с.
2. Игнатова А.М., Артемов А.О., Игнатов М.Н. Изучение структурных изменений симиналов при деформации и разрушении методом акустической эмиссии // *Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии*. – 2011. – № 5. – С. 50–60.
3. Игнатова А.М., Игнатов М.Н. Роль ликвационных явлений в структурообразование синтетических минеральных сплавов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. – 2012. – Т. 9. – № 2. – С. 169–179.
4. Игнатова А.М., Мерзляков А.Ф., Ханов А.М. Методика и оборудование для определения предела механической прочности на сжатие литых образцов синтетических минеральных сплавов // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение*. – 2010. – Т. 12. – № 3. – С. 126–133.
5. Технология лабораторной, опытной и промышленной переработки горных пород для производства симиналов / А.М. Игнатова, С.В. Наумов, А.О. Артемов, М.Н. Игнатов, А.М. Ханов // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение*. – 2011. – Т. 13. – № 4. – С. 117–129.
6. Оценка пригодности и доступности базальтоидных и габброидных комплексов западного Урала (Пермский край) для производства сварочных материалов / А.М. Игнатова, С.В. Наумов, М.Н. Игнатов, С.А. Пушкин, С.Б. Суслов // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение*. – 2010. – Т. 12. – № 4. – С. 104–116.
7. Игнатова А.М., Ханов А.М., Скачков А.П. Исследование структуры и свойств камнелитых материалов методом наноиндентирования // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение*. – 2010. – Т. 12. – № 1. – С. 139–150.
8. Одинцев В.Н. Отрывное разрушение скальных горных пород. – М.: ИПКОН РАН, 1996. – 166 с.
9. Поздняков О.Ф., Поздняков А.О., Регель В.Р. Экспериментальные исследования механической и термической стабильности межфазной области полимер-подложка // *Физика твердого тела*. – 2005. – Т. 47, № 5. – С. 924–930.
10. Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.И. Кинетическая природа прочности твердых тел. – М.: Наука, 1974. – 560 с.
11. Федосеева Е.М., Игнатов М.Н., Летягин И.Ю. Влияние повторного термического цикла сварки на образование неметаллических включений в многослойных сварных швах трубных сталей // *Сварка и диагностика*. – 2011. – № 2. – С. 18–21.

References

1. Greshnikov V.A., Drobot Ju.B. Akusticheskaja jemissija M.: Izd-vo Standartov, 1976. 324 p.
2. Ignatova A.M., Artemov A.O., Ignatov M.N. Izuchenie strukturnyh izmenenij siminalov pri deformacii i razrushenii metodom akusticheskoy jemissii // *Fundamental'nye i prikladnye problemy tehniki i tehnologii*. 2011, no. 5. pp. 50–60.
3. Ignatova A.M., Ignatov M.N. Rol' likvacionnyh javlenij v strukturoobrazovanie sinteticheskikh mineral'nyh splavov // *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedenija*. 2012. T. 9. no. 2. pp. 169–179.
4. Ignatova A.M., Merzljakov A.F., Hanov A.M. Metodika i oborudovanie dlja opredelenija predela mehanicheskoy prochnosti na szhatie lityh obrazcov sinteticheskikh mineral'nyh splavov // *Vestnik Permskogo nacional'nogo issledovatel'skogo politehnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*. 2010. T. 12. no. 3. pp. 126–133.
5. Ignatova A.M., Naumov S.V., Artemov A.O., Ignatov M.N., Hanov A.M. Tehnologija laboratornoj, opytnoj i promyshlennoj pererabotki gornyh porod dlja proizvodstva siminalov // *Vestnik Permskogo nacional'nogo issledovatel'skogo politehnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*. – 2011. T. 13. № 4. – s. 117–129.
6. Ignatova A.M., Naumov S.V., Ignatov M.N., Pushkin S.A., Suslov S.B. Ocenka prigodnosti i dostupnosti bazal'toidnyh i gabbroidnyh kompleksov zapadnogo Urala (Permskij Kraj) dlja proizvodstva svarochnyh materialov // *Vestnik Permskogo nacional'nogo issledovatel'skogo politehnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*. 2010. T. 12. no. 4. pp. 104–116.
7. Ignatova A.M., Hanov A.M., Ckachkov A.P. Issledovanie struktury i svojstv kamnelityh materialov metodom nanoindentirovaniya // *Vestnik Permskogo nacional'nogo issledovatel'skogo politehnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*. 2010. T. 12. no. 1. pp. 139–150.
8. Odincev V.N. Otryvnoe razrushenie skal'nyh gornyh porod. M.: IPKON RAN, 1996. 166 p.
9. Pozdnjakov O.F., Pozdnjakov A.O., Regel' V.R. Jeksperimental'nye issledovanija mehanicheskoy i termicheskoy stabil'nosti mezhfaznoj oblasti polimer-podlozhka // *Fizika tverdogo tela*. 2005, t. 47, no. 5. pp. 924–930.
10. Regel' V.R., Slucker A.I., Tomashevskij Je.I. Kineticheskaja priroda prochnosti tverdyh tel. M.: Nauka, 1974. 560 p.
11. Fedoseeva E.M., Ignatov M.N., Letjagin I.Ju. Vlijanie povtornogo termicheskogo cikla svarki na obrazovanie nemetallicheskih vkljuchenij v mnogoslojnyh svarnyh shvah trubnyh stalej // *Svarka i diagnostika*. 2011. no. 2. pp. 18–21.

Рецензенты:

Беленький В.Я., д.т.н., профессор, зам. директора, Западно-Уральский аттестационный центр, г. Пермь;

Кривоносова Е.А., д.т.н., профессор, ведущий специалист, Западно-Уральский аттестационный центр, г. Пермь.

Работа поступила в редакцию 21.12.2012.