

高温下岩石 SEM 实时实验研究¹⁾

赵 鹏* 谢卫红** 王习术† 高 峰*

*(中国矿业大学理学院, 徐州 221003)

** (江苏徐州空军学院机场工程系, 徐州 221000)

† (清华大学工程力学系, 北京 100084)

摘要 首次利用带扫描电镜的高温疲劳试验机是目前最先进的实验手段, 高温下实时观测了温度变化对石灰岩微结构的影响, 有效地避免了由于岩石的热膨胀是不可逆的, 它会受加温历史的影响, 加热时的特性和冷却后的特性差异较大的影响. 发现试样在升温过程很少发现热裂纹, 但在冷却过程中反而易出现较多的微裂纹, 认为是石灰岩在冷却过程中产生的残余应力所致.

关键词 石灰岩, 扫描电镜, 高温疲劳试验机, 微结构

THE REAL TIME EXPERIMENTAL RESEARCH ON ROCK'S SEM UNDER HIGH TEMPERATURE

ZHAO Peng* XIE Weihong** WANG Xishu† GAO Feng*

*(Faculty of Science, China University of Mining Technology, Xuzhou 221008, China)

** (Airdrome Engineering Department, Xuzhou Air Force College, Xuzhou 221000, China)

† (Department of Engineering Mechanics, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract Using the high temperature fatigue testing system with scanning electron microscope, we observed the influence of temperature's change on limestone's microstructure in real time, effectively avoided the influence of the reversible process of rock's heat inflating, which is influenced by the history of temperature and the influence of the difference of its properties during heating and after cooling. And it was also found that the samples have not created hot cracks in the heating process, but have created lot of tiny cracks in the cooling process. The experimental results indicate that the rock's microstructure changes at heating process and cooling process are different. This may due to the residual stress produced in the cooling process of limestone.

Key words limestone, scanning electron microscope, high temperature fatigue testing system, microstructure

温度是影响岩石力学性能的主要因素之一, 岩石在温度作用下的热变形特性等细观和宏观的力学行为均有特殊表现. 利用高温热气流破碎岩石, 是矿山和建材工业广泛应用的一种非机械高效破碎岩石的方法, 高温热气流作用下岩石微结构损伤程度对破碎岩石效率有直接影响. 张晶瑶^[1]等进行了高温条件下岩石结构特征的研究, 他们研究温度变化对磁铁矿石岩和赤铁矿石岩微结构的影响. 在高温(600°C)条件下, 两种含铁矿石岩的微结构均产生明显的损伤, 由于矿石中矿物成分不同所引起的结构

热应力是造成两种矿石微结构热损伤的主要原因, 由此而形成的微裂隙导致矿石强度明显下降. 国内外很多学者对岩石在高温下温度对其细观结构的影响进行了大量的 SEM 实验研究, 由于他们受实验设备的影响, 对岩石微观结构只限于加温后冷却的结构 SEM 研究, 因此, 出现实验研究结果与工程实践偏差较大的现象. 本文的 SEM 实时实验结果发现: 试样在升温过程很少出现热裂纹, 但在冷却过程中反而易出现较多的微裂纹. 认为与已有众多结果出现不同的原因是: 前面研究未能进行实时加热 SEM

2005-04-12 收到第 1 稿, 2006-02-17 收到修改稿.

1) 国家重点基础研究发展规划 973 项目 (2002GB412705) 资助.

观察分析,事实上,岩石的热膨胀是不可逆的,它会受加温历史的影响,温度作用下的细观结构和冷却后的微结构差异较大. 本文利用带扫描电镜的高温疲劳试验机是目前最先进的实验手段,高温下实时观测了温度变化对石灰岩微结构的影响,发现试样在升温过程很少发现热裂纹,但在冷却过程中反而易出现较多的微裂纹,并进一步探讨了产生这种现象的影响因素.

1 实验材料与步骤

本次热细观实验是在清华大学破坏力学重点实验室完成,采用的设备是带扫描电镜的岛津 SEM 高温疲劳试验机系统,如图 1 所示. 该套系统将高精度的扫描电镜与全数字电液伺服加载和高精确度升温系统结合起来,用于观测在温度作用下静态和动态加载时固体材料微细观结构的变化和缺陷演化方式,可以实现外部应力状态与内部微细观结构变化一一对应,该系统是中国两台可以完成上述实验功能的试验机之一. 本文利用该套系统实时观测了石灰岩在温度载荷作用下的热损伤变形破坏过程. 该石灰岩材料产于河南济源市(属古三代矿物),为泥质灰岩,主要含量为 $(Ca,Mg)CO_3$. 该材料粒度很细,结构致密. 用 HV-1000 显微硬度计测得该石灰岩材料的显微(HV 氏)维氏硬度约为: 420(该硬度相当于中碳钢).

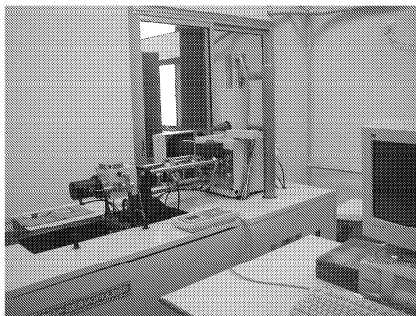


图 1 岛津 SEM 高温疲劳试验机系统

实验时将试样样品台推入扫描电镜腔开始抽真空,通过对试样不加载升温,实时扫描观察试样内部结构随温度变化. 以开始 $5^{\circ}C/min$ 升温速率从室温升到 $100^{\circ}C$,恒温 30 min 后再以同样的升温速率升温到 $200^{\circ}C$,恒温 30 min 后再升温到 $300^{\circ}C$ 依此类推升温到 $400^{\circ}C$, $500^{\circ}C$,观察整个升温过程中石灰岩试样微结构随温度的变化并扫描图片.

2 实验结果

2.1 常温条件下石灰岩微结构和矿物组成

为对比研究温度对石灰岩试样的效应,将常温石灰岩试样进行 XRD 衍射分析,所用仪器为日本理学(Rigaku)公司的 D/Max-3B 型 X 射线衍射仪,定性定量分析样品,结果表明试样主体成分为白云石含量 86%,石英含量 5%,长石含量 2%. 伊利石含量 5% 及其它矿物成分含量 2%,XRD 衍射分析如图 2 所示.

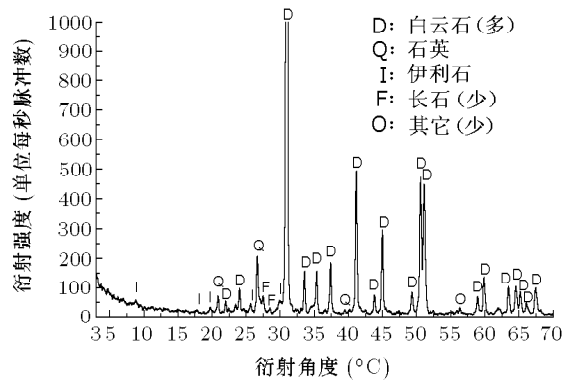


图 2 石灰岩常温时的 X-射线衍射定性分析图谱

2.2 岩石微观结构在升温时的变化

从扫描图片可直观看出,升温过程中几乎没有发现裂纹变化,如图 3,图 4 所示. 可以认为,当所加温度较低时(不超过 $500^{\circ}C$),岩石受热产生膨胀,虽然由此伴随产生一定的结构热应力,但未超过岩石的极限抗拉强度. 因此从该实验可知,对于石灰岩类岩石升温到 $500^{\circ}C$ 对其细观结构影响不大,几乎未发现产生新的热裂纹.

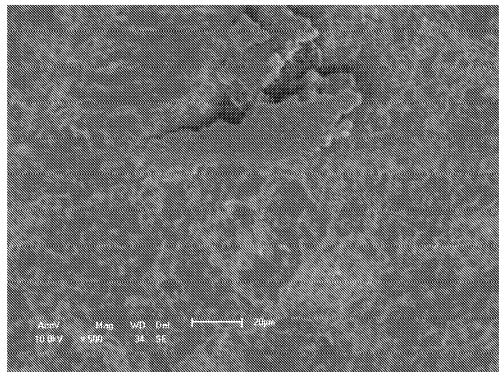


图 3 温度升到 $200^{\circ}C$ 时扫描图片

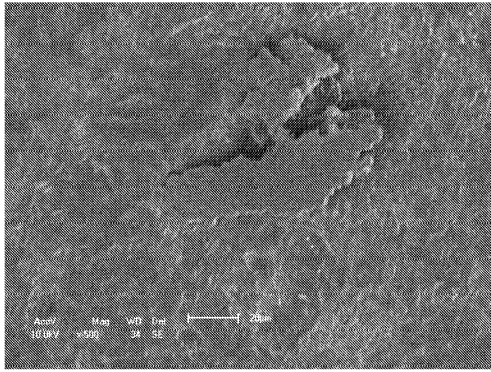


图 4 温度升到 500°C 时扫描图片

2.3 岩石微观结构在降温时的变化

停止升温,以 5°C/min 降温速率从 500°C 降到 400°C,恒温 30 min 后再以同样的降温速率依此类推冷却到室温,扫描图片如图 5,图 6 所示.比较图 3 和图 5,实验中发现同是 200°C,但冷却中微观结构变化与升温时不一样,冷却时有龟裂,产生较多的热裂纹,可以认为是岩石在冷却过程中产生残余应力所致.在本实验温度范围内,当升温时所有的矿物颗粒边界没有破裂,胶结物粘聚力存在.当降温时膨胀的矿物颗粒将收缩,但由于某些矿物晶体仍

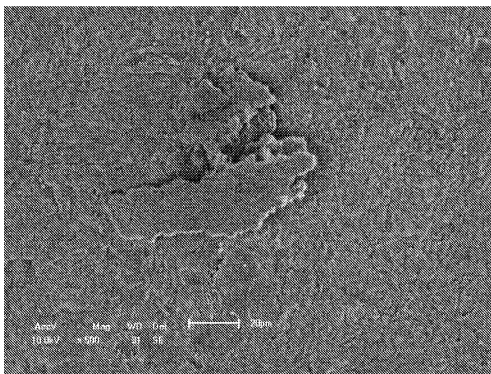


图 5 温度冷却到 200°C 时扫描图片

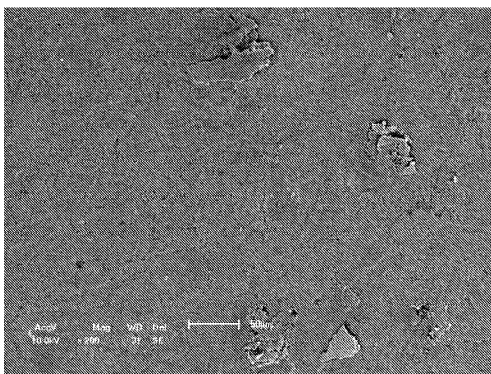


图 6 温度冷却到 60°C 时图片

然连接在一起,因此,降温冷缩不能自由发生,热处理后冷却试件不可能保持原来的形状和尺寸,在石灰岩中将产生残余压缩应力.

3 实验结果分析

3.1 高温条件下的结构热应力

岩石是由不同矿物组成的非均匀体,各种矿物在高温条件下的热膨胀系数各不相同,所以岩石受热后各种矿物颗粒的变形也不相同.然而岩石作为一个连续体,为了保持其变形的连续性,内部各矿物颗粒不可能相应地按各自固有的热膨胀系数随温度变化而自由变形,因此,矿物颗粒之间产生约束,变形大的受压缩,变形小的受拉伸,由此在岩石中产生一种应力,称为结构热应力,应力最大值往往发生在矿物颗粒交界处,如果此处的应力达到或超过岩石的强度极限(抗拉强度或抗剪强度),则沿此交界面矿物颗粒之间的联接断裂,产生微裂纹^[2,3].因此,岩石结构内部的结构热应力 σ 大小可近似用下面的公式计算^[4]

$$\sigma = (\lambda_1 - \lambda_2)\Delta TE_1E_2/(E_1 + E_2)$$

式中 λ_1, E_1 为石灰岩某矿物的热膨胀系数和弹性模量, λ_2, E_2 为石灰岩另一种矿物的热膨胀系数和弹性模量, ΔT 为由常温加热到某特定温度的温差.将相关数据代入上式,可计算出对应条件下的结构热应力.分析可知,在升温过程中,由于矿物间产生的结构热应力没有使矿物之间的联接断裂而产生微裂纹,因此在扫描图片中未发现热裂纹产生.岩石在降温冷却过程中,矿物颗粒之间也产生约束,但原来变形大受压缩的矿物颗粒间此时受拉力的作用,原来变形小受拉伸的矿物颗粒间此时受压力的作用,该冷却过程中产生的最大结构热应力达到或超过了该岩石的强度极限,矿物颗粒交界面之间滑动,矿物颗粒之间的联接断裂,产生微裂纹.因此出现在扫描图片中,升温过程很少发现热裂纹而在冷却过程中反而出现了较多的微裂纹的现象.

3.2 温度对矿物组成的影响

对于本试件石灰岩材料,在温度 $\leq 500^\circ\text{C}$ 范围内,石灰岩的矿物组成几乎不受温度的影响.原因是组成石灰岩的矿物质使然.经 XRD 衍射分析,该石灰岩试样的主体成分为白云石: $(\text{Ca},\text{Mg})\text{CO}_3$, 均含有少量石英: SiO_2 , 正长石: KAlSi_3O_8 , 伊利石: $\text{KAl}_2(\text{OH})_2(\text{AlSi})_4\text{O}_{10}$ 等矿物成分,查矿物差热分析鉴定手册知,白云石在 600°C 之前没有发现吸放热现

象, 石英在 537°C 发生相变, 重量在 (800°C~900°C) 以后才变化, 伊利石在 (400°C~600°C) 才会有吸热和失重现象, 正长石在 800°C 以下没有变化, 故在本实验过程中, 该升温范围内温度对石灰岩试样矿物组成基本没有影响, 未发现产生热裂纹的现象.

4 结束语

(1) 在小于 500°C 范围内, 升温对试样的微结构损伤影响不大, 该材料的微裂纹演化对温度不敏感, 原因是该范围内温度对石灰岩试样矿物组成基本没有影响.

(2) 前人对材料在温度作用下微观结构的众多研究都是用冷却后的特性来代表加热时的特性, 但本研究结果却表明: 试样在升温过程很少发现热裂纹, 但在冷却过程中反而易出现较多的微裂纹. 因此, 在涉及到研究岩石温度问题和实际工程时, 必须充分考虑到升温的历史, 不能用岩石加到某一温度冷却后的细观结构来代替该温度作用时的微结构.

参 考 文 献

- 1 张晶瑶等. 高温条件下岩石结构特征的研究. 东北大学学报 (自然科学版), 1996, 17(1): 5~9 (Zhang Jingyao, et al. On rock structure character under high temperature. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*, 1996, 17(1): 5~9 (in Chinese))
- 2 顾泽同, 葛永乐, 翁中杰等. 工程热应力. 北京: 国防工业出版社, 1987. 162~163 (Gu Zetong, Ge Yongle, Weng Zhengjie, et al. *Engineering Thermal Stress*. Beijing: the Industry of National Defense Press, 1987. 162~163 (in Chinese))
- 3 王俊奎, 丁立祚. 弹性固体力学. 北京: 中国铁道出版社, 1990. 329~332 (Wang Junkui, Ding Lizuo. *Elastic Solid Mechanics*. Beijing: China Railway Press, 1990. 329~332 (in Chinese))
- 4 Wai RSC, Lo KY, Rowe RK. Thermal stress analysis in rocks with nonlinear properties. *Int J Rock Mech Min Sci & Geomech Abstr*, 1982, 19(5): 211~220
- 5 Tapponier P, Brace WF. Development of stress-induced microcracks in westerly granite. *J Rock Mech Min Sci & Geomech Abstr*, 1976(13): 103~112
- 6 Homand-Etienne F, Houpert R. Thermally Induced Microcracking in Granites: Characterization and Analysis. *Int J Rock Mech, & Min Sci*, 1989, 26(2): 125~134
- 7 Morrow C, et al. Permeability of Granite in a temperature gradient. *Journal of Geophysical Research*, 1981, 4, 86(B4): 3002~3008
- 8 寇绍全. 热开裂损伤对花岗岩变形及破坏特性的影响. 力学学报, 1987, 19(6): 550~555 (Kou Shaoquan. Effect of thermal cracking damage on the deformation and failure of granite. *Acta Mechanica Sinica*, 1987, 19(6): 550~555 (in Chinese))
- 1 张晶瑶等. 高温条件下岩石结构特征的研究. 东北大学学报 (自然科学版), 1996, 17(1): 5~9 (Zhang Jingyao, et al. On rock structure character under high temperature. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*, 1996, 17(1): 5~9 (in Chinese))
- 2 李晓军, 张殿臣, 李清献. 国外常规武器破坏效应与工程防护技术研究. 洛阳: 总参工程兵科研三所, 2002(Li Xiaojun, Zhang Dianchen, Li Qingxian. Study on the Damage Effects of Foreign Conventional Weapons and Engineering Protection Techniques. Luoyang: the Third Scientific Research Department of Engineering Corps of General Staff, 2002(in Chinese))
- 3 何堂甫. 国外钻地和穿甲武器发展概况研究报告. 1998, 01(He Tangfu. Report on the Survey of Foreign Earth-penetrating and Armor-piercing Weapons. 1998, 01(in Chinese))
- 4 何春霞. 抗钻地武器导偏技术及新材料应用论证研究. [博士论文]. 南京: 解放军理工大学, 2005(He Chunxia. Research on the Guiding-deflection Technology and Application of New Material. [Ph D Thesis]. NanJing: PLA Univ. of Science and Technology, 2005(in Chinese))
- 5 Ranzen RR, et al. Observation concerning the penetration mechanism of tubular hypervelocity penetrators. *Int J Impact Engng*, 1991, 11(3): 289~303

(上接第 70 页)