

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
технологический университет «МИСИС»

На правах рукописи

Землянский Григорий Сергеевич

ОБОСНОВАНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ РЕЖИМОВ ОБРАБОТКИ
ПИРИТОСОДЕРЖАЩИХ РУД ПОЛЯМИ СВЕРХВЫСОКОЧАСТОТНОГО
ДИАПАЗОНА ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПРОЦЕССОВ
РУДОПОДГОТОВКИ

Специальность: 2.8.6 – «Геомеханика, разрушение горных пород, рудничная
аэрогазодинамика и горная теплофизика»

Диссертация
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор физ.-мат. наук, доцент
Винников Владимир Александрович

Москва – 2025

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ГЛАВА 1. ОБЗОР СУЩЕСТВУЮЩИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ В ОБЛАСТИ РАЗРУШЕНИЯ МЕТАЛЛОСОДЕРЖАЩИХ РУД, ИСПОЛЬЗУЮЩИХ СВЧ-ВОЗДЕЙСТВИЕ	8
1.1. Исторический обзор технологических решений в области разрушения металлосодержащих руд	8
1.2. Описание СВЧ-воздействия на горные породы	16
1.3. Опыт применения СВЧ-воздействия для предразрушения и разрушения горных пород.....	22
1.4. Существующие методы анализа эффективности СВЧ-воздействия на горные породы	26
Выводы по главе и постановка задач исследования	32
ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИКИ ИЗМЕНЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗЕРЕН ПИРИТА В СВЧ-ПОЛЯХ	34
2.1. Особенности нагрева и измерения температуры руды в СВЧ печи	34
2.2. Подготовка образцов. Анализ гранулометрического состава зерен	38
2.3. Методика проведения измерений температуры	42
2.4. Обсуждение результатов температурного контроля.....	46
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ПИРИТА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ СВЧ-ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ПИРИТОСОДЕРЖАЩИЕ РУДЫ	50
3.1. Проведение рентгеновской дифрактометрии и анализ её результатов	50
3.2. Расчет плотности дислокаций	58
3.3. Обсуждение закономерностей изменения плотности дислокаций в зернах пирита при СВЧ-воздействии.....	62
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОГО МОДУЛЯ УПРУГОСТИ И МОДУЛЯ СДВИГА ПРИ СВЧ-ВОЗДЕЙСТВИИ НА ПИРИТОСОДЕРЖАЩИЕ РУДЫ	68
4.1. Основы ультразвуковой дефектоскопии, используемое оборудование: устройство и принцип работы лазерно-ультразвукового дефектоскопа.....	68
4.2. Проведение ультразвуковых измерений и анализ их результатов	79
4.3. Методика проведения расчетов динамических модулей упругости и сдвига	86
4.4. Обсуждение результатов ультразвуковых исследований.....	88
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	92
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	94
ПРИЛОЖЕНИЕ	110

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования. Известно, что рудоподготовка является ключевым элементом всего процесса добычи и переработки полезных ископаемых. Именно этот этап горного производства определяет эффективность всей производственной цепочки. Совершенствование процессов рудоподготовки сопряжено с необходимостью создания новых высокотехнологичных производств и модернизации существующих мощностей горноперерабатывающих предприятий посредством применения прогрессивных технологий переработки руд.

Традиционно применяемый на этапе дробления-измельчения механический способ разрушения руды в отсутствие эффективной предварительной обработки не приводит к росту раскрытия сростков, но приводит к значительному переизмельчению рудных включений (что не всегда выгодно на последующих этапах переработки), высоким энергетическим потерям и высокой себестоимости конечного продукта. Вопросы, касающиеся данной проблемы, встают особенно остро на фоне постепенной выработки запасов крупных месторождений и снижения доли руд с высоким содержанием полезных компонентов.

Одним из способов достижения высокого уровня селективной дезинтеграции при рудоподготовке является применение в рабочем процессе электромагнитного излучения, обеспечивающего разупрочнение дробимого материала. Установлено, что предварительная обработка руды электромагнитным полем сверхвысокочастотного диапазона (далее - СВЧ) может в значительной степени повлиять на снижение энергоёмкости её измельчения и, в конечном итоге, повышение выхода конечного продукта.

В настоящее время СВЧ технологии не нашли широкого применения в горной индустрии. Помимо относительно высокой затратности самой процедуры облучения, важной причиной является недостаточная изученность некоторых аспектов воздействия электромагнитной энергии СВЧ диапазона на

горные породы. В частности, на сегодняшний день в литературе нет данных о степени влияния исходных характеристик руд на результаты СВЧ воздействия. В центре внимания большинства опубликованных исследований - оценка результативности различных режимов облучения в отношении типичной (с точки зрения характеристик) руды конкретного месторождения, не предполагающая поиск причин такого поведения. Кроме того, не существует общепринятой методики оценки результативности СВЧ-воздействия на металлосодержащие руды.

В связи со всем вышесказанным изучение поведения металлосодержащих руд в процессе их обработки полями сверхвысокой частоты на сегодняшний день является актуальной научной задачей.

Целью работы является обоснование оптимальных режимов обработки пиритосодержащих руд полями сверхвысокочастотного диапазона для повышения эффективности процессов рудоподготовки.

Идея работы состоит в использовании полученных закономерностей поведения пиритосодержащих руд в СВЧ-полях для определения оптимального времени обработки, позволяющего снизить энергоемкость их последующего разрушения.

Основные научные положения, выносимые на защиту:

1. Экспериментально подтвержден эффект проявления кратковременной стабилизации температуры зерен пирита при нагревании в СВЧ-полях и выявлены закономерности его наступления в зависимости от крупности зерен и их содержания.

2. Установлено резкое повышение плотности дислокаций в зернах пирита на этапе стабилизации их температуры, причем значения этой плотности увеличиваются с ростом диаметра зерен пирита и их процентного содержания, а при дальнейшем нагреве, сопровождающемся ростом температуры образца, снижаются.

3. Установлено снижение динамического модуля упругости образцов пиритовой руды на этапе стабилизации температуры зерен пирита при их

СВЧ-нагреве, что может служить основой для определения оптимального с точки зрения последующей дезинтеграции времени СВЧ-воздействия на пиритовую руду по времени окончания этапа стабилизации.

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций подтверждаются использованием при проведении экспериментальных исследований аппаратного обеспечения с высокими метрологическими характеристиками и апробированного программного обеспечения; непротиворечивостью полученных в ходе экспериментов данных законам физики, теории прочности, а также данным, опубликованными в научной литературе; минимизацией количества факторов, способных повлиять на результаты экспериментов, достигнутой за счёт их проведения на одном и том же оборудовании, при температурах, исключающих возможность фазовых переходов, а также за счёт подбора образцов с минимальным набором слагающих минералов и нулевым влагосодержанием.

Новизна работы заключается в:

- обнаружении особенности роста температуры пиритосодержащих руд при нагреве в СВЧ полях, проявляющейся в появлении на начальных этапах нагрева временного интервала, в течение которого с увеличением продолжительности СВЧ облучения не происходит роста температуры зерен пирита;

- обнаружении факта структурных изменений кристаллической решётки пирита, сопровождающихся выходом избытка энергии через образованные дислокации на участке стабилизации температуры зерен пирита при СВЧ-воздействии.

Методы исследований включали анализ и обобщение данных литературных источников; экспериментальные лабораторные исследования поведения образцов пиритосодержащих руд в СВЧ-полях, а также влияющих на этот процесс факторов.

Научное значение работы состоит в обосновании нового подхода к определению оптимального времени СВЧ-воздействия на пиритосодержащие руды, основанном на анализе временной динамики изменения плотности дислокаций.

Практическая значимость результатов исследования заключается в определении оптимальных значений времен СВЧ-воздействия на пиритосодержащие руды в зависимости от содержания и крупности рудных зерен.

Апробация работы. Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на всероссийских и международных научно-практических конференциях: международном научном симпозиуме «Неделя горняка», Всероссийской научной конференции с международным участием «Проблемы разработки месторождений полезных ископаемых в условиях больших глубин», научных семинарах кафедры «Физических процессов горного производства и геоконтроля» Горного института НИТУ МИСИС (Москва, 2023-2025 гг.).

Реализация результатов работы. Результаты диссертационного исследования могут быть применены на горноперерабатывающих предприятиях, рассматривающих электромагнитное излучение сверхвысокочастотного диапазона в качестве участка технологической цепочки рудоподготовки для улучшения качественных и количественных показателей получаемого металла, снижения энергозатратности процедуры обогащения, повышения КПД используемого на этапе дробления-измельчения технологического оборудования. Результаты диссертационной работы в части определения оптимального времени СВЧ-воздействия на пиритосодержащую руду по проявлению кратковременной стабилизации температуры минеральных зерен приняты к использованию при проведении лабораторных исследований в «Центре проблем метана и газодинамических явлений угольных и рудных месторождений» ИПКОН РАН.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 5 статей, из них 3 в изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки России, в том числе 2 – в изданиях, входящих в базу цитирования Scopus.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав и заключения, изложенных на 110 страницах текста, включает 33 рисунка, 9 таблиц, список источников из 138 наименований и приложение.

Благодарности. Автор выражает особую благодарность своему научному руководителю д. ф.-м. н., заведующему кафедрой ФизГео Винникову Владимиру Александровичу за активное участие в обсуждениях работы, методологическую поддержку и квалифицированное наставничество, д.т.н., профессору Черепецкой Елене Борисовне за ценные советы по части ультразвуковых исследований, д.т.н., профессору Вознесенскому Александру Сергеевичу и д.т.н., профессору Николенко Петру Владимировичу за конструктивную критику на этапе агрегации работы, а также ведущему инженеру учебной лаборатории кафедры ФизГео НИТУ «МИСИС» Дидович Людмиле Яковлевне за помощь при проведении рентгеновских исследований.

ГЛАВА 1. ОБЗОР СУЩЕСТВУЮЩИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ В ОБЛАСТИ РАЗРУШЕНИЯ МЕТАЛЛОСОДЕРЖАЩИХ РУД, ИСПОЛЬЗУЮЩИХ СВЧ-ВОЗДЕЙСТВИЕ

1.1. Исторический обзор технологических решений в области разрушения металлосодержащих руд

С давних времен благополучие человечества напрямую связано со способностью находить металлосодержащие минералы, выплавлять их и применять для военных, строительных, декоративных, духовных и бытовых нужд [1]. Первым знакомством человечества с металлами принято считать обнаружение самородков, случившееся, вероятно, в глубокой древности [2]. Наиболее ранние следы осознанного извлечения легкоплавких металлов из руд датируются X-VI тысячелетиями до н.э. [3].

С развитием подходов к переработке металлов (в эпоху неолита при работе с медьсодержащими рудами применяли тигельную плавку [4], в бронзовом веке – восстановительную [5], в эпоху железа – сыродутный способ [6] и т.д.) изменялись методы подготовки руды. Ручная сортировка материала по крупности, твердости, форме и цвету, по праву считающаяся древнейшим способом подготовки руды [7], была постепенно вытеснена промывкой через шлюзы из дерева и шкур, ендовки, бутары (примитивная разновидность гравитационного обогащения) [8], отделением пустой породы с помощью молотов, прокаливанием руд и т.д.

В течение многих веков работы по подготовке руд оставались довольно примитивными. Первое комплексное описание таких архаичных способов обогащения дал немецкий металлург и минеролог Г. Агрикола в 1550 г. в своей работе «De re Metalca». Эта работа ещё в течение двух столетий после издания оставалась востребованным пособием по горному делу и металлургии.

Первым российским научным трудом, освещающим вопросы обогатительных процессов, была работа М. В. Ломоносова «Первые основания

металлургии или рудных дел», изданная в 1763 году. Этому труду великого учёного предшествовало открытие в 1760 году первой российской обогатительной фабрики на реке Исеть, знаменующей собой зарождение отечественной горноперерабатывающей промышленности.

В XIX – XX столетиях горноперерабатывающее направление вступает в фазу своего интенсивного развития. Так, во второй половине XIX века активно исследуются и внедряются механические методы воздействия (рудоподготовка, гравитационные методы и др.), в 30-е годы XX века – физико-химические методы (например, флотационный метод обогащения руд цветных и редких металлов), с середины XX века – основные химические (для переработки бедных и окисленных руд широко используются процессы выщелачивания) [9].

Во второй половине XX века интерес также начинают вызывать способы обогащения, в основе которых лежит воздействие физических полей. Начало систематических исследований по данному направлению в 60-е годы прошлого века положили Е.И. Баяк, М.П. Воларович, А.Г. Дорфман, В.Н. Кобранова, Т.С. Лебедев, М.Ш. Магид, А.Л. Мамедов, Г.Я. Новик, Э.М. Пархоменко, М.М. Протоdjяконов, А.Н. Ставрогин, И.С. Томашевская, Т.Л. Челидзе, В.С. Ямщиков, С. Кларк, Ф. Эгерер, П.Ф. Бриджмен, Ф. Барг, Н. Христиансен и др.

В более поздних работах П.И. Воронова, Г.Я. Новика, В.В. Ржевского, В.Б. Горяева, Л.Т. Озолина, Р.Г. Петроченкова, Л.П. Русихина, М.Г. Зильбершмидта и др. можно найти материалы по систематизации и паспортизации горных пород в контексте установления закономерностей изменения свойств в физических полях [10].

В 70-х годах В.И. Ревнивцевым, С.Л. Ворончихиновым, А.В. Первухиным, Е.Н. Денисовым, С.В. Вишняковым, Ю.Л. Шатайловой, Г.В. Зайцевым, С.В. Марксом, А.В. Малыгиной и др. впервые была проведена количественная оценка влияния различных магнитных полей (в том числе и сильных импульсных магнитных полей), высокочастотного воздействия,

воздействия низких температур и динамического сброса давления (эффект Снайдера) и т.д. на показатели разупрочнения и измельчаемости железных руд [11]. Обнадёживающие результаты были получены при исследовании применения магнитных полей: энергозатраты на получение конечного продукта при воздействии магнитными полями в рамках эксперимента были снижены примерно на 10–20 %, а при магнитно-механическом на 30–40 %. [11–14].

В 80ых годах прошлого века особый интерес научного сообщества стали вызывать электрофизические методы разрушения [15]. Разнообразие применяемых источников электрической энергии привело к формированию смежных направлений исследований, основанных на изучении применения постоянного тока и тока промышленной частоты, электрических импульсов высокого напряжения, энергии электромагнитного поля высокой частоты (ВЧ) и сверхвысокой частоты (СВЧ), излучений инфракрасного и оптического диапазонов [10].

Зарождение и развитие электрофизических способов разрушения горных пород связано с работами Г.И. Бабата, А.В.Варзина, А.В. Нетушила, В.С. Кравченко, А.П. Образцова, В.М. Семенова, В.М. Веремьёва, В.В. Устинова, В.Д. Ицхакина, Ю.Н.Захарова, Л.М. Блинова, Н.В. Перова, Г.В. Лукьянова, А.С.Сироты, А.В. Долголаптева, Е.Ф. Элштейна, Э.И. Арша, Г.К. Виторта, В.В. Ржевского, А.П. Дмитриева, Ю.И.Протасова, Г.Я.Новика, В.С.Ямщикова, С.А.Гончарова, Ю.М.Мисника, Л.Б.Некрасова, В.А.Хоминского, Л.Э.Рекинглаза, Н.И.Рябеца, О.Н.Шонина, В.Ж.Аренса, Г.Х.Хчеяна, О.М.Гридина, И.В.Ляшенко, В.Ф.Клятченко, А.Н.Москалева, О.В.Явтушенко, В.И.Лойка, А.А.Воробьева, И.И.Каляцкого, А.Т.Чепикова, М.П.Тонконогова, Н.Е.Коваленко и др. [10].

Таким образом, на сегодняшний день проведено довольно много исследований, посвящённых воздействию физических полей с целью разупрочнения руд. Анализ, выполненный в работе [16], позволяет выделить наиболее существенные (с точки зрения влияния на разупрочнение пород)

эффекты, характерные для самых обсуждаемых в литературе электрофизических методов воздействия (таблица 1.1).

Одним из таких методов, бесспорно, является электромагнитное воздействие сверхвысокочастотного диапазона, поскольку именно оно (и в меньшей степени высокочастотное воздействие) обладает самым большим потенциалом с точки зрения обеспечения селективности воздействия [11].

Таблица 1.1 – Возможные эффекты от воздействия различных полей

Метод воздействия	Возможный эффект
Электромагнитное излучение: диапазон частот ВЧ, СВЧ	Термонапряжения, обусловленные различием коэффициентов термического изменения размера фаз и их анизотропией
Магнитное поле: стационарное, импульсное, переменное	Напряжения, вызванные деформацией вследствие разности изменения объема и линейных размеров фаз, термонапряжения, магнитное давление
Электрогидравлическое воздействие (разряд в жидкой среде)	Напряжения на границе отражения упругих волн (волновые явления) вследствие ударных волн от разряда
Электрический разряд по поверхности	Поверхностные термонапряжения, частично волновые явления
Электрический разряд в объеме тела (эффект Воробьевых)	Термонапряжения в канале пробоя, частично волновые явления

На сегодняшний день многие исследователи [17-20] акцентируют внимание на том, что предварительная микроволновая обработка руды может способствовать повышению степени раскрытия микротрещин, увеличению доли извлечения металлов (иногда более чем в 10 раз), повышению экологичности обогащения, снижению энергоёмкости измельчения, повышению скорости механического разрушения и производительности измельчительного оборудования, созданию условий для более эффективного растворения минералов в процессе химического выщелачивания, сохранению

естественного размера частиц ценных компонентов, более эффективному отделению нежелательных примесей и т.д.

С каждым годом в открытых источниках появляется всё больше информации, статей и патентов, посвящённых повышению эффективности процессов обогащения за счёт СВЧ-облучения.

Некоторые исследователи даже рассматривают возможность использования СВЧ облучения в качестве независимого метода воздействия [21]. Так, в некоторых патентах США можно найти способы отделения металлов от пустой породы, основанные преимущественно на микроволновой энергии. Например, в патенте США № 6277168 воздействие рассматривается как самодостаточный способ разрушения металлосодержащих руд. Способ предполагает загрузку руды и восстанавливающего агента в контейнер, помещаемый в СВЧ-печь, и нагрев, продолжающийся до тех пор, пока металл не поглотит достаточно энергии, чтобы расплавиться и скопиться на дне контейнера [22].

Такой подход был характерен и для многих авторских свидетельств СССР. Примечательно, что в архивных материалах помимо обогатительных технологических решений, использующих СВЧ энергию, можно найти множество работ, рассматривающих применение микроволновой энергии в качестве полноценного способа добычи полезных ископаемых. Например, в авторских свидетельствах № 581275 и 724731 решается проблема рассеивания электромагнитной энергии в массиве после её прохождения через целевую зону нагрева [23, 24]. С целью снижения энергоёмкости и повышения экономической рентабельности такого воздействия в упомянутых свидетельствах рассматриваются способы минимизации энергетических потерь посредством создания в массиве теплового следа волнами малой энергетической плотности и дальнейшей проработки этого следа волнами большей энергетической плотности для формирования термических разрушающих очагов, способных оказать влияние на прочностные характеристики массива. Другим примером разрушения массива горных пород

в процессах добычи полезных ископаемых, а также при проходке туннелей в подземном строительстве является способ разрушения пород (в том числе влагонасыщенных) в массиве (взрывное разрушение), осуществляемый с помощью концентрированной направленной СВЧ энергии или комбинированным методом (СВЧ + механическое воздействие) [25, 26]. Некоторые работы рассматривают СВЧ энергию как эффективный и при этом «деликатный» инструмент разгрузки массива горных пород вблизи горных выработок, способный снизить вероятность возникновения горных ударов [27].

Тем не менее, в большинстве научных публикаций прошедших лет [28,29] и современных [17] микроволновое облучение всё же рассматривается как вспомогательный метод обогащения, вследствие чего его включают в технологическую цепочку наряду с механическими, химическими и иными методами переработки.

Примером комбинации СВЧ-воздействия с механическими методами разрушения служит патент США № 7678172, который содержит описание СВЧ-воздействия на руду на этапе дробления-измельчения, осуществляемого с целью обеспечения выхода металлических включений необходимого размера для последующих этапов обогащения. Заранее разрушенную руду с размером кусков, не превышающим 15 см, предлагается облучать кратковременными (менее 0,1 с) СВЧ-импульсами высокой мощности (значительно выше 1 кВт) для получения микротрещин внутри штуфа с последующей передачей ценных компонентов на станцию кучного выщелачивания или измельчения [30].

Другой патент США № 20090324440 иллюстрирует пример комбинации с химическими и физическими методами воздействия. Он посвящён восстановлению металлов из руд и металлосодержащих материалов, сопровождающемуся нагреванием сырья конвективным и/или кондуктивным и/или радиационным способом, а также воздействием микроволновой энергией и восстановителем. По мнению авторов способ обеспечивает более

энергоэффективное химическое восстановление рудных концентратов и увеличивает выход полезного продукта [31].

СВЧ-нагрев с одновременным воздействием кислотой для переработки окисленной никелевой руды также предлагает патент РФ № 2803695. Способ предполагает смешивание руды с серной кислотой и водой для получения реакционной смеси, которую обрабатывают в СВЧ-печи при одновременном выщелачивании никеля из образующихся продуктов обработки в реакторе с механической мешалкой. Циркуляция реакционной смеси из реактора с механической мешалкой через СВЧ печь с возвратом в реактор осуществляется с помощью насоса. Способ позволяет упростить переработку никельсодержащей руды и ускорить процесс выщелачивания [32].

В научной литературе можно также найти более специфические примеры СВЧ-воздействия. Например, предотвращения горных ударов методом микроволновой разгрузки массива практического метода для потенциального предотвращения их возникновения. Чтобы понять влияние микроволнового разгрузки, такого как продолжительность микроволнового воздействия, пространственное расположение и геометрические параметры микроволновой зоны предварительной подготовки (МПЗ), на возникновение – сочетание микроволнового воздействия с биовыщелачиванием, главными отличительными чертами которого являются низкие капитальные затраты при низком КПД. По данным авторов [18], предварительная СВЧ-обработка способствует увеличению средней скорости повышения концентрации никеля, кобальта, и меди в растворе при последующем биовыщелачивании вмещающей их руды, что в значительной степени нивелирует главный недостаток биовыщелачивания в виде слабой кинетики окислительно-восстановительных реакций и ускоряет технологический процесс.

В значительной степени технологию обогащения и, соответственно, роль СВЧ-воздействия предопределяет класс (иногда конкретный вид) полезного компонента. В связи с этим многие изобретения посвящаются

решению частных проблем переработки и обогащения какого-то конкретного класса/вида руд.

Так, большое количество патентов, связанных с СВЧ-воздействием, можно найти в области обогащения благородных металлов. В патенте РФ № 2441079 [33] СВЧ-воздействие рассматривается как вспомогательный этап обогащения, применяемый для заранее подготовленной и уже обогащённой фракции благородных металлов. Предполагается, что микроволновое облучение, предшествующее последующему выщелачиванию благородных металлов в водный раствор, позволит уменьшить массу перерабатываемой руды и повысить процент извлечения золота, платины и палладия.

Патент РФ № 2333267 [34] предусматривает увеличение масс извлекаемых благородных металлов (и скандия) за счёт сепарации минералов руды на фракции с разной степенью выраженности магнитных свойств и последующей СВЧ-обработки магнитной и слабомагнитной составляющих с применением растворов кислоты и/или окислителя. На заключительном этапе благородные металлы предлагается извлекать из полученной суспензии сорбентом, который в последствии будет сжигаться с получением концентрата благородных металлов.

В патенте РФ № 2375475 [35], который по принципу и этапам обработки весьма схож с патентом РФ № 2333267, предлагается перед разделением руды на магнитную и немагнитную составляющие также провести «механоактивацию» руды поверхностно-активными веществами, а полученную после обработки магнитной части суспензию - фильтровать с получением концентрата благородных металлов.

Патент РФ № 2756326 [36], посвящённый способу извлечения никеля и кобальта из окисленных никель-кобальтовых руд, предлагает смешивать руду с серной кислотой, а затем в течение 10-15 мин в атмосфере водяного пара проводить термическую обработку смеси в СВЧ-печи, доводя температуру до 200-250 °С. По завершении процедуры - осуществлять выщелачивание никеля и кобальта водой из продукта термической обработки и выделять никель и

кобальт из растворов. Способ, как утверждают авторы, позволяет сократить продолжительность сульфатизации в 10-15 раз, а энергозатраты в 5-10 раз.

Патент США № 4321089 раскрывает процесс восстановления молибдена и рениума из их сульфидных руд, при котором сульфидные руды подвергаются микроволновому облучению в присутствии кислорода или хлора, а получаемые таким образом оксиды или хлориды переходят на следующий этап обработки, заканчивающейся производством металла [37].

Патент США № 4324582 также предполагает использование микроволновой энергии для получения оксидов или хлоридов, но уже из меди. По мнению авторов восстановить медь из таких соединений значительно проще [38].

Подводя итог анализу существующих технологических решений в области разупрочнения металлосодержащих руд СВЧ-полями хочется отметить их многообразие. Работы по данному направлению ведутся довольно активно по всему миру, и, хотя на ряд важных вопросов относительно характера этого взаимодействия и способов управления процессом до сих пор нет ответа, сегодня есть все основания полагать, что когда-нибудь применение энергии СВЧ-полей сможет стать действительно важным этапом в модернизации горной промышленности [39].

1.2. Описание СВЧ-воздействия на горные породы

Микроволновое излучение представляет собой неионизирующее электромагнитное излучение с частотой от 300 МГц до 300 ГГц [40], отличающееся от других видов электромагнитного излучения, таких как рентгеновское, видимый свет, УФ-излучение, ИК-излучение большей длиной волны и более низкой энергией квантов [41, 41]. В промышленности и для научных исследований используют две основных частоты: 915 ± 25 и 2450 ± 13 МГц, соответствующие международным правилам радиосвязи, принятым в 1959 году в Женеве. Из этих частот наиболее часто используется частота 2450

МГц. Именно на этой частоте работают бытовые микроволновые печи и проводится большинство исследований [43].

Механизм воздействия электромагнитных полей сверхвысокочастотного диапазона на металлосодержащие руды основан на сложных физико-химических процессах, происходящих в минералах на микро- и наноуровнях, и являющихся следствием селективного поглощения электромагнитных волн этими минералами [44].

Определяющим процессом является локальный нагрев, вызванный поглощением СВЧ-энергии. Способность минералов поглощать СВЧ-энергию различна и определяется их электрическими и магнитными свойствами [21].

При анализе процессов, происходящих в различных материалах при СВЧ воздействии, целесообразно рассматривать три группы облучаемых материалов, отличающихся своими диэлектрическими характеристиками: диэлектрики (кварц, полевые шпаты и др.), полупроводники (сульфиды, некоторые окислы) и проводники (медь, золото, платина, железо) [45, 46, 47, 48].

Материалы первой группы благодаря наличию свободных электронов практически полностью отражают СВЧ волны. В этом случае переменное электрическое и магнитное поля сосредотачиваются в тонком приповерхностном «скин-слое», который тем тоньше, чем выше проводимость материала. Таким образом, СВЧ-излучение проникает в облучаемый объект лишь на сотые доли миллиметра, при этом нагрев происходит только на его поверхности. Более интенсивного нагрева можно добиться в случаях, когда облучаемая поверхность достаточно шероховатая, чтобы на ней мог возникнуть дуговой разряд. Такое поведение характерно и для материалов (но не для металлосодержащих руд) с ярко выраженными проводниковыми свойствами [49].

Ко второй группе относят диэлектрики (например, кварц, белый и красный фарфор и т.д. [49]), которые не содержат свободные электроны или содержат их в очень малых количествах. Большинство диэлектриков в

обычных условиях вообще не нагреваются при прохождении СВЧ волн. Нагрева диэлектриков можно добиться лишь специально подбирая особую частоту, при которой могут менять свою ориентацию молекулярные диполи среды. Несмотря на то, что электроны в диэлектриках не могут «свободно двигаться», в результате внутреннего трения постоянных и индуцированных диполей может происходить преобразование их вращательного движения (кинетической энергии) в тепло.

Важнейшей характеристикой диэлектриков, определяющей способность материала к поляризации (проникновение электрического поля в материал), является комплексная диэлектрическая проницаемость ([50]).

$$\varepsilon = \varepsilon' - i\varepsilon'' , \quad (1.1)$$

где ε – комплексная диэлектрическая проницаемость;

ε' и ε'' – действительная и мнимая части комплексной диэлектрической проницаемости;

i – мнимая единица.

Диэлектрическая проницаемость показывает, насколько материал податлив проникновению в него электромагнитной энергии, то есть на сколько способен к поляризации без потерь при определённой частоте. Чем выше диэлектрическая проницаемость минерала, тем он лучше поляризуется под воздействием электромагнитных волн СВЧ диапазона.

Потери энергии электрического поля, рассеиваемые внутри минеральных зёрен в виде тепла, учитываются тангенсом угла диэлектрических потерь, представляющим собой отношение мнимой и действительной частей комплексной диэлектрической проницаемости и являющимся по сути коэффициентом потерь [51].

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} , \quad (1.2)$$

Чем он больше, тем, соответственно, сильнее нагревается диэлектрический материал под воздействием микроволн.

Таким образом, для достижения нагрева диэлектрика должно выполняться два условия: умеренные значения диэлектрической проницаемости для обеспечения хорошего проникновения волн в материал, и большой коэффициент потерь, чтобы СВЧ-энергия эффективно преобразовывалась в тепло.

Для кварцево-пиритовых образцов руды, использованных в экспериментальной части настоящей диссертации, характерно, что в условиях стандартной частоты СВЧ волн (2,45 ГГц) за счёт электромагнитного излучения нагреваться будет только пирит (FeS_2) с диэлектрической проницаемостью $\epsilon = 15\text{--}20$ и тангенсом угла диэлектрических потерь $\text{tg } \delta = 0,01\text{--}0,1$, при этом кварц (SiO_2) с диэлектрической проницаемостью около 3,8–4,0 и тангенсом угла диэлектрических потерь порядка $10^{-4} - 10^{-5}$ (достаточно низкие значения) нагреваться не будет.

Тут важно подчеркнуть, что пирит, как и многие другие рудные минералы, содержащие в своём составе металлы, относится к полупроводникам, поскольку обладает как диэлектрическими, так и проводниковыми свойствами. Полупроводники, которые как раз и составляют последнюю из рассматриваемых групп материалов, могут нагреваться за счёт токов проводимости (так называемое «Джоулево тепло»). Под воздействием переменного электромагнитного поля в таких материалах индуцируются вихревые токи, и нагрев происходит за счёт резистивных потерь. Таким образом, в полупроводниках (в частности, в пиритосодержащей руде) трансформация микроволнового поля в тепловую энергию происходит под влиянием двух основных механизмов: выделения теплоты вследствие диэлектрических потерь при поляризации и выделения «Джоулевой» теплоты при протекании в веществе наведенных токов вследствие наличия некоторого числа носителей зарядов [52].

Помимо изменения ориентации дипольных молекул, незначительный вклад в поглощение дает ионная проводимость, обусловленная движением ионов под действием электрического поля.

Для магнитных минералов, содержащих железо, никель, кобальт, необходимо также учитывать влияние магнитного поля на нагрев материала [53]. Особенность воздействия СВЧ-энергии на минералы с магнитными свойствами заключается в том, что, в дополнение к электрическим полям, такие минералы взаимодействуют с магнитной составляющей излучения, поглощая больше энергии. Например, магнетит и титаномagnetит обладают высокой магнитной проницаемостью, что позволяет им эффективно поглощать энергию магнитной компоненты СВЧ-поля и быстро нагреваться по сравнению с немагнитными минералами. Внутренние потери энергии объясняются главным образом возникающими под действием СВЧ поля магнитными резонансами и вихревыми токами внутри минерала. Спектр результирующих процессов достаточно широк и включает в себя (но не ограничивается) магнитострикционные колебания, тепловые эффекты, изменение упругих свойств, пондеромоторные эффекты (магнитное давление и т.п.), воздействие на точечные дефекты и дислокации.

За счёт разницы диэлектрических свойств с окружающей породой, а также за счёт резонансных явлений и вихревых токов поры, пустоты и микротрещины сами по себе могут становиться зонами локального нагрева.

Каким бы не был локальный нагрев по природе происхождения, он сопровождается термическим расширением нагретых зёрен, ростом внутренних напряжений и, особенно, напряжений на границе зёрен нагретых минералов. При этом СВЧ энергия провоцирует по большей части растягивающие (и в меньшей степени сдвиговые) напряжения, а не сжимающие (как при механическом разрушении), что и обуславливает эффективность её применения: предел прочности на сжатие (при дроблении) кратно превосходит предел прочности на растяжение [54].

Рост напряжений формирует (преимущественно на границе зёрен) микродеформации в виде вакансий, дислокаций, микротрещин, микрорасслоений, облегчающих сепарацию минералов при последующей обработке.

На рисунке 1.1 приведены процессы, происходящие при СВЧ облучении руд. Рост напряжений, спровоцированный расширением минералов, влагонасыщенных зон и пустот, может усиливаться (зона наложения эффектов), когда расширяющиеся объекты находятся достаточно близко друг к другу.

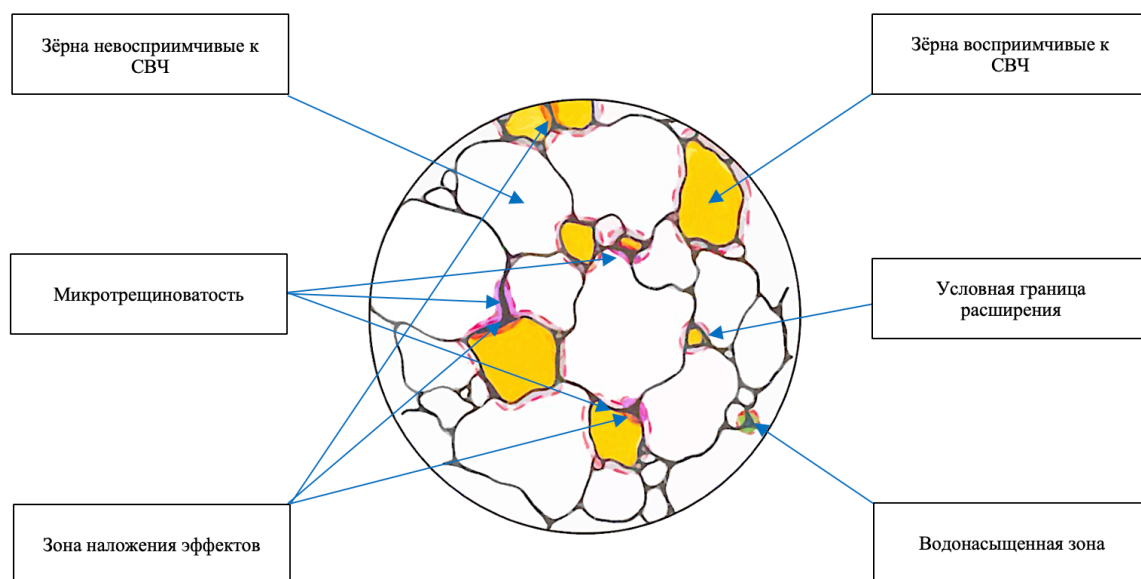


Рисунок 1.1 – Схематическое изображение процессов, происходящих при СВЧ воздействии на руды (составлено автором)

Интересно, что СВЧ воздействие может спровоцировать изменение химического состава [55]: в некоторых случаях инициируются химические реакции, например, окисление или восстановление, при которых изменяются свойства минералов. У металлов зачастую повышается реакционная способность, что способствует более эффективной флотации или магнитной сепарации на последующих этапах обогащения. При достаточно высоких температурах возможна локальная плавка или аморфизация.

При охлаждении нагретой в СВЧ-поле металлосодержащей руды температура минералов снижается, что уменьшает внутренние термические напряжения и деформации, вызванные быстрым нагревом. При этом дефекты кристаллической решётки могут частично исчезать или закрепляться, в зависимости от условий охлаждения и способности минералов к релаксации.

Как правило, стремительное охлаждение в большей степени способствует фиксации микродеформаций. Более того, очень резкое снижение температуры вызывает сжатие кристаллов и увеличение внутренних напряжений, что может привести к развитию новых трещин или расширению существующих, особенно в зонах с концентрацией дефектов или вблизи металлических включений [56].

Подводя итог, стоит ещё раз подчеркнуть, что механизм воздействия СВЧ на металлосодержащие руды включает целый комплекс физических и химических процессов, таких как локальный нагрев, тепловое расширение, рост напряжений, механическое разрушение связей, изменение химических свойств минералов. Каждый процесс зависит от большого количества факторов, лишь некоторые из которых возможно контролировать. Проведенный анализ специальной литературы по этой теме позволил выделить факторы, в наибольшей степени влияющие на эффективность СВЧ-воздействия. К ним относятся: минералогический состав, определяющий восприимчивость отдельных минералов к электрической и магнитной составляющим СВЧ-поля, начальные характеристики руды (гранулометрический состав, содержание отдельно взятых минералов), влагонасыщенность (содержание остаточной и связанной воды), величины пористости и трещиноватости, плотности и теплоёмкости слагающих породу минералов, возможность фазовых переходов, параметры микроволнового поля – частота и длительность обработки [57, 58, 59].

О том, как некоторые из этих факторов влияют на эффективность СВЧ-обработки, будет более подробно рассказано в последующих главах.

1.3. Опыт применения СВЧ-воздействия для предразрушения и разрушения горных пород

По оценкам экспертов, энергозатраты на добычу и переработку минерального сырья составляют более 3 % всей потребляемой в мире энергии.

При этом от 50 до 80 % этих энергозатрат приходится на процессы дробления, измельчения и обогащения [19, 60]. Из них лишь 1-5% потребляемой энергии составляет полезную работу, остальной энергетический ресурс рассеивается в виде диссипативных потерь (тепло, колебания, звук) [61].

Проблема избыточной энергоёмкости обогатительных процессов сопровождается крайне низким коэффициентом полезного действия механических мельниц, который зачастую может не превышать 1-2% [17, 60]. Процент извлечения ценных компонентов в большинстве случаев составляет лишь 2–6 % [11]. Коренная причина обозначенных проблем кроется в сложившейся к настоящему моменту практике разрушения, предполагающей достижение нужной степени раскрытия зёрен путем их переизмельчения.

Ввиду того, что классическое дробильно-измельчительное оборудование попросту не адаптировано для разрушения руд с неоднородным гранулометрическим составом, существующие технологии раскрытия минералов строятся на измельчении руды до крупности наименьшего из зерен ценных компонентов. При этом измельчение зёрен полезных компонентов сопровождается либо их потерей в хвостах, либо избыточными затратами энергии на перемол уже раскрытых зерен [11].

Селективное воздействие, обеспечиваемое СВЧ полями, является одним из наиболее перспективных направлений по решению обозначенных проблем, которое, как уже упоминалось ранее при анализе существующих патентов, может способствовать предразрушению руды перед дальнейшей переработкой, а также, в исключительных случаях, выступать полноценным методом разрушения.

Поскольку механическая переработка руды является самой энергозатратной составляющей технологической цепочки обогащения, наиболее часто СВЧ-воздействие рассматривается на начальных стадиях переработки с целью предразрушения и подготовки руды к последующему дроблению и измельчению.

Такой подход в наибольшей степени оправдывает себя при переработке руд с наличием зон, способных аккумулировать в себе электромагнитную энергию (руд с высоким содержанием пор и трещин, металлических включений, водонасыщенных минералов).

Впервые предложения по промышленному использованию СВЧ энергии для предварительного разрушения руд стали активно обсуждаться в научных кругах в 1980-х годах прошлого века, поскольку к концу столетия многими исследователями из России, США и Канады уже была экспериментально доказана высокая эффективность нагрева металлических и водонасыщенных минералов при частотах до 2,45 ГГц. И хотя в опубликованных материалах отсутствуют данные об успешном опыте реального внедрения (в том числе в перечисленных странах), в открытом доступе можно найти информацию о попытках включения СВЧ технологий в производство без описания результатов.

Одной из первых компаний, заявивших о себе в этом вопросе, была Канадская EMR Technology Corp. В 1997 году она успешно ввела в работу опытную установку микроволновой обработки пиритовых и арсенопиритовых золотосодержащих руд, оборудованную микроволновыми генераторами мощностью 75 кВт и частотой 915 МГц. По некоторым данным, заявленная производительность установки составляла 5–10 т/сутки при расходе электроэнергии около 3 кВт ч/т. [61, 62].

Информация об отечественной практике внедрения ограничивается тем, что в 2018 году специалистами АО «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» (АО «ВНИИХТ», входит в Госкорпорацию «Росатом») и НПП «Исток» им. А. И. Шокина (входит в Госкорпорацию «Ростех») была разработана технология измельчения минерального и техногенного сырья с помощью микроволнового излучения, которая должна была пройти апробацию на Ковдорском горно-обогатительном комбинате в Мурманской области [62], однако информация о результатах в открытых источниках не представлена.

Последнее многообещающее сообщение на данную тему относится к 2022 году, когда компания Sepro Mineral Systems, занимающаяся переработкой полезных ископаемых в Британской Колумбии, и её партнёры выиграли главный приз национального конкурса Министерства природных ресурсов Канады в размере 5 миллионов долларов за основанное на СВЧ воздействии технологическое решение в области переработки руды, обеспечившее экономию энергии в 46 % при увеличении производительности мельниц [63]. Данные о дальнейшей апробации на реальных производствах, а также о вводе технологии в эксплуатацию, отсутствуют.

Несмотря на многообещающие прогнозы, широкое промышленное внедрение СВЧ-облучения в технологическую цепочку обогащения металлосодержащих руд пока не реализовано. По данным большинства исследователей, это не происходит из-за потенциально высоких капитальных вложений в оборудование, сложностей контроля процесса, продиктованных высокой неоднородностью руд, низкой степенью изученности некоторых ключевых аспектов такого воздействия, в частности, связанных с определением оптимального режима воздействия, а также отсутствия четких экономических преимуществ по сравнению с традиционными методами.

Тем не менее для целей рационального природопользования, заключающегося в том числе в необходимости снижения энергозатрат и повышения экологической безопасности, а также комплексного использования сырья для рудоподготовки [64, 65, 66], внедрение таких технологических решений необходимо и возможно при создании более энергоэффективных и дешевых установок, разработке понятных методов управления процессом, в частности, посредством подбора оптимального режима воздействия, при более целостном понимании всех возможных процессов, происходящих при облучении руды и полном учете влияющих на результаты факторов.

1.4. Существующие методы анализа эффективности СВЧ-воздействия на горные породы

Современных методов оценки эффективности сверхвысокочастотного электромагнитного воздействия на горные породы довольно много, при этом некоторые из них имеют схожие черты. С целью упрощения подачи материала наиболее часто используемые методы рассматриваются ниже в рамках семи основных групп, дифференцированных по ключевыми особенностями. Знание и умелое использование комбинаций методов этих групп даёт возможность получить исчерпывающую информацию о механохимических преобразованиях, происходящих в руде, облучаемой электромагнитными полями сверхвысокочастотного диапазона.

Тепловой контроль является первой и основной группой методов для оценки тепловых эффектов от СВЧ-обработки [67]. Суть методов данной группы состоит в использовании термопар, температурных пирометров, инфракрасных камер, термометров, термографов и иных средств термометрии для оценки скорости и уровня нагрева руды и/или отдельных её минералов.

Методы данной группы позволяют получать точные данные о динамике нагрева руды и отдельных её включений в режиме реального времени, проводить оценку локальных температурных градиентов, а также визуализировать распределение температуры по поверхности и внутри образца (например, инфракрасные камеры).

К преимуществам таких методов обычно относят высокую точность измерений температуры, заинтересованность производственного сектора в постоянном совершенствовании оборудования данной группы методов, возможность наблюдения за процессом в режиме реального времени, возможность использования как контактных, так и бесконтактных приборов, простоту и доступность оборудования [68, 69].

Среди недостатков упоминают невозможность физического измерения температуры внутри породы без её разрушения, влияние внешних условий

(освещенности, отражения) на точность инфракрасных измерений, значительный рост стоимости инструментов диагностирования по мере роста их точности, низкую информативность по части прочностных изменений, а также внутренних структурных преобразований (в условиях неприменения иных методов оценки эффективности СВЧ воздействия) [69].

Вариации *механических испытаний* представляют собой следующую группу методов, которую можно справедливо назвать наиболее популярной после температурного контроля. Методы данной группы как правило предполагают разрушение образцов и заключаются в измерении их прочностных показателей (предел прочности на сжатие и растяжение, изгиб, ударная вязкость, модуль упругости, трещиностойкость и т.д.). Часть образцов подвергается механическим испытаниям до СВЧ-нагрева, часть – после, результаты сопоставляются. При этом важным условием оценки эффективности СВЧ-воздействия является схожесть начальных физико-механических характеристик образцов руды, представленных в обеих группах. Частным случаем механических испытаний, нацеленных на определение эффективности СВЧ-воздействия, является промышленно реализуемое дробление-измельчение рудных тел в механических мельницах, в рамках которого оценивается изменение энергоэффективности разрушения, вызванное СВЧ нагревом [70, 71, 72, 73].

Преимущества группы методов связаны с простотой реализации, широкой распространенностью и доступностью оборудования, достаточно высокой точностью получаемых данных.

К недостаткам механических методов оценки можно отнести невозможность отслеживания динамики показателей в рамках одних и тех же образцов, необходимость предварительной подготовки образцов (в случае проведения испытаний в лабораторных условиях), неинформативность в части изменений, происходящих на микроуровне, сильную чувствительность к анизотропии свойств образцов [74].

Микроскопия рудных образцов объединяет в себе методы, основанные на применении сканирующих электронных микроскопов [75], которые дают высокоточные результаты при определении микротвёрдости (при использовании индентора), микротрещин и иных изменений в структуре образцов руды после СВЧ обработки. Особого внимания заслуживает микроскопия с просвечивающим электронным микроскопом, которая отличается применением электронного пучка, просвечивающего тонкий образец, что даёт двумерную картину распределения плотности прошедшего электронного потока в очень высоком разрешении (до нескольких ангстремов) [76, 77].

Методы микроскопии позволяют не только визуализировать микротрещины, дефекты, дислокации и изменения в кристаллической решётке, но и дают количественную оценку изменения прочностных характеристик через показатель микротвердости. Они широко распространены в материаловедении, минералогии и горной промышленности.

Основные преимущества – очень высокое разрешение, в некоторых случаях позволяющее рассматривать изменения на субмикронном уровне, выявлять зарождающиеся локальные дефекты, отслеживать развитие трещин и структурных изменений, оценивать микротвёрдость. В некоторых случаях возможно определение локальной электропроводности, оценки изменения химического состава (через скорости взаимодиффузии компонентов при просвечивающей электронной микроскопии) [78].

Недостатками методов данной группы являются повышенные требования к подготовке образцов (полировка, травление, нанесение проводящих покрытий) и оборудованию (освещение, увеличение), трудоёмкость измерительных процедур, высокая продолжительность и потребность в специальных навыках у персонала.

Дифрактометрия является ещё одной группой методов неразрушающего контроля. Самой популярной её разновидностью является рентгеновская дифрактометрия.

Это мощный инструмент для оценки микроструктурных изменений в минералах, подвергаемых воздействию СВЧ полей. По дифракционным картинам можно получить информацию о фазовых переходах и развитии дефектов в кристаллической решётке. Рентгеновская дифрактометрия также может использоваться для количественного анализа состава и определения содержания различных фаз. Методы данной группы часто применяются для оценки структурных изменений после термической или электромагнитной обработки руд [79].

Среди преимуществ данной группы методов - высокая точность и чувствительность к структурным изменениям на ранних стадиях формирования (деформация, разрушение кристаллической решетки) [80] и фазовым переходам. Методы данной группы относятся к неразрушающим видам контроля.

К недостаткам относят необходимость подготовки образцов (часто практикуется их стирание в порошок), плохую информативность при анализе аморфных или плохо кристаллизованных материалов, потребность в наличии специализированных навыков и квалификации для использования оборудования, низкую глубину проникновения рентгеновских лучей в рудные образцы.

Ультразвуковая дефектоскопия - следующей группа методов неразрушающего контроля, которую мы рассмотрим. Принцип действия этой группы основан на измерении скорости распространения ультразвуковых волн внутри рудных образцов. В процессе воздействия СВЧ-излучения структура породы меняется - развиваются микротрещины, поры, дефекты, что влияет на скорость и амплитуду ультразвуковых сигналов. Анализ этих параметров позволяет достаточно точно оценить внутренние изменения и степень разупрочнения [81].

За счёт обеспечения быстрого и точного мониторинга внутренних изменений без повреждения образца методы данной группы нашли широкое признание в горной промышленности и инженерных исследованиях. Ультразвуковые замеры могут проводиться многократно в режиме реального времени.

Среди недостатков отмечают необходимость в специальном оборудовании и программном обеспечении, зависимость от влияния внешних условий (например, влажности, температуры), частую субъективность при интерпретации результатов, иногда - излишнюю вариативность в организации замеров, что может затруднить сравнение результатов, снизить воспроизводимость конкретного исследования при недостаточном описании нюансов [82].

Компьютерное моделирование и численные методы составляют группу методов, позволяющих на основе входных данных (геометрия и структура модели, размеры, распределение включений, электрические и магнитные свойства руды, параметры воздействия) осуществлять прогноз взаимодействия электромагнитных волн с породой в виде определения локальных нагревов и микроразрушений при различных режимах воздействия, а также пространственных карт нагрева и разрушения [83].

Компьютерное моделирование часто применяется в научных и инженерных кругах для оценки взаимодействия электромагнитных волн с материалами [84]. Методы данной группы особенно актуальны при разработке новых технологий, поскольку позволяют прогнозировать внутренние процессы и оптимизировать параметры воздействия, минимизируя экспериментальные затраты.

К основным преимуществам данной группы можно отнести отсутствие необходимости проведения многочисленных натурных экспериментов, возможность оценки (а иногда и визуализации) внутренних процессов, недоступных для прямого наблюдения, возможность учета большого

количества факторов с заранее определёнными диапазонами значений, а также возможность рассмотрения различных вариантов развития событий.

Недостатки моделирования сводятся к потребности в большой вычислительной мощности и сложных программных комплексах, точных входных данных о свойствах материала (что не всегда доступно). Результаты моделирования (даже стохастического) в определённой степени прогнозируемы и основаны на математических расчётах, осуществляемых по заранее установленным формулам, которые не всегда в полной мере описывают исследуемый процесс и учитывают все факторы, способные на него влиять.

Методы химического анализа образуют ещё одну группу методов. Они основаны на использовании химических техник для определения изменений в составе и связях внутри минералов пород после СВЧ-обработки. Основные методы: рентгеновская флуоресценция, инфракрасная спектроскопия, атомно-эмиссионная спектроскопия [85, 86, 87].

Группа методов позволяет выявлять изменения в химическом составе (например, окисление), фиксировать новые соединения, фазы, а также нарушения связей внутри минералов.

Сильные стороны: высокая чувствительность к изменениям в составе и химических связях, возможность проведения некоторых видов анализа вне лаборатории.

Недостатки группы методов связаны со сложностями анализа и дороговизной процесса, большими временными затратами, необходимостью поиска высококвалифицированных исполнителей, необходимостью подготовки образцов (измельчение, подготовка к спектроскопии), а также с отсутствием в получаемых результатах сведений о микроструктуре и кристаллической решётке исследуемых образцов.

Методы измерения *электромагнитных свойств* составляют последнюю крупную группу методов, которая будет рассмотрена в рамках настоящей главы. Методы данной группы обеспечивают измерение электромагнитных

свойств породы (диэлектрической проницаемости и магнитных характеристик) до и после СВЧ-обработки. Изменения этих параметров свидетельствуют о структурных и фазовых преобразованиях внутри материала. Используемое оборудование может включать, но не ограничивается измерителями диэлектрической проницаемости (например, мосты или импедансные анализаторы), индуктивными и емкостными датчиками, резонансными контурами, магнитометрами (для определения магнитной проницаемости и магнитных потерь).

Преимущества измерений электромагнитных свойств заключаются в скорости проведения и неинвазивности исследований, возможности получать результаты в режиме реального времени даже вне лабораторий, в высокой чувствительности к изменениям в составе и структуре [88].

Среди недостатков выделяют потребность в высокой точности калибровки специальных приборов, невозможность получения прямых результатов (только параметры, с помощью которых можно провести расчёт), значительное влияние на результат внешних условий (температуры, влажности).

Перекрестное применение представленных выше методов позволяет комплексно оценивать эффективность СВЧ-воздействия, анализировать механизмы разрушения и оптимизировать параметры обработки.

Выводы по главе и постановка задач исследования

Проведенный анализ литературных источников в области СВЧ воздействия на горные породы показал, что в настоящее время отсутствуют надежные методы оценки эффективности применения такого воздействия на горные породы, позволяющие определять оптимальное время такого воздействия в зависимости от свойств исследуемых руд.

С учетом этих результатов для достижения поставленной в работе цели были сформулированы основные задачи исследования:

1. Провести анализ и систематизацию существующих технологических решений в области разрушения металлосодержащих руд, использующих СВЧ-воздействие, и оценить перспективность их применения в будущем.

2. Исследовать закономерности изменения температуры образцов пиритосодержащей руды, отличающихся по крупности зерен и содержанию полезного компонента, в зависимости от времени СВЧ-обработки.

3. Провести качественную и количественную оценку изменений внутренней структуры минералов, слагающих подвергаемые СВЧ-воздействию образцы руды, и выявить временные закономерности их изменения.

4. Разработать способ определения оптимального времени СВЧ-обработки образцов конкретных руд.

ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИКИ ИЗМЕНЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗЕРЕН ПИРИТА В СВЧ-ПОЛЯХ

2.1. Особенности нагрева и измерения температуры руды в СВЧ печи

Из предыдущей главы известно, что основные изменения, происходящие в руде при СВЧ облучении, являются следствием её неравномерного нагрева, сопровождающегося локальным расширением зёрен определённых минералов, ростом микротрещин и влагонасыщенных зон.

В связи с этим изучение температурного поведения металлосодержащих минералов образцов руды, подвергаемых микроволновому воздействию, стало основной задачей исследования, посвящённого обоснованию оптимальных режимов обработки руд.

Температурное поведение руды в СВЧ печи не всегда является столь очевидным и предсказуемым, как может показаться на первый взгляд. С достаточной точностью его можно спрогнозировать лишь в идеальном случае нагрева, когда при постоянном и равномерном распределении в пространстве энергии СВЧ полей температура однородных образцов руды увеличивается с постоянной скоростью. В реальных условиях такой нагрев практически недостижим, поскольку СВЧ поле (в камере СВЧ-печи) представляет собой совокупность стоячих волн с участками высокой и низкой интенсивности, а сама руда в большинстве случаев – анизотропное сырьё со сложным минеральным и гранулометрическим составом.

На рис. 2.1 представлено схематическое изображение распространения электромагнитных волн в камере печи. Как правило, электромагнитные волны, возбуждаемые магнетроном, не поглощаются сразу в нагреваемом продукте, а многократно отражаются стенками (красные линии) камеры. В результате образуются многочисленные стоячие волны электромагнитного поля с участками различной интенсивности электрической и магнитной компонент.

Всё это в значительной степени усложняет тепловой контроль, поскольку приводит к формированию в СВЧ печи условно «холодных» и «горячих» зон, а также зон с относительно равномерным нагревом. В пучностях стоячих волн (отмечены на рис. 2.1 цветными точками) нагрев максимален, поскольку максимальна её интенсивность, а в узлах (отмечены на рис. 2.1 серыми точками), наоборот, нагрев минимален, ввиду минимальной интенсивности СВЧ волны. На относительно небольшом участке между пучностью и узлом нагрев можно условно считать равномерным.

Количество узлов и пучностей зависит от длины волны и размеров камеры. Обычно в стандартных СВЧ-печах для обеспечения относительно равномерного нагрева размеры внутренней камеры рассчитываются таким образом, чтобы в них укладывалось целое число длин полуволн (как правило 5).

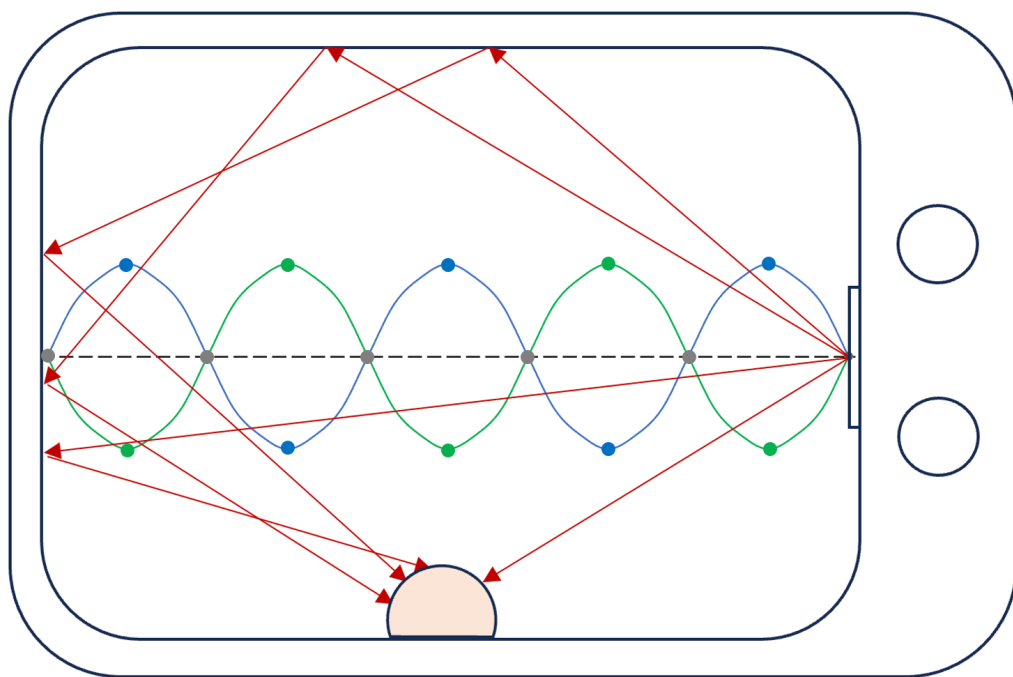


Рисунок 2.1 – Схематичное изображение распространения электромагнитных волн в СВЧ печи (составлено автором)

Неравномерное распределение энергии СВЧ волн, вызванное природой их распространения, а также отражениями, интерференционными явлениями

и резонансными эффектами, приводящими к локальным усилениям или ослаблениям электромагнитных полей, может частично нивелироваться вращением платформы СВЧ печи и использованием специальных отражателей.

Между тем нивелировать влияние физико-механических характеристик самой руды практически невозможно. Более того, это влияние на разных временных этапах облучения может быть различным (и потому сложно прогнозируемым), поскольку повышение температуры руды само по себе обуславливает изменение некоторых её характеристик, в частности, коэффициента поглощения минералов, входящих в её состав [49]. Кроме того, сильное влияние на процесс могут оказать структурные нарушения. Например, если в зависимости температуры руды от времени отмечается резкий рост, это может (но не обязательно) свидетельствовать о влиянии уже сформировавшихся при нагреве (в силу неоднородности состава, формы, пористости или наличия металлических включений) микронарушений, так как результаты повышения дефектности частиц вещества вблизи внутренних поверхностей гетерогенных структур зачастую приводит к росту диэлектрических потерь (из-за этого межфазные области, в которые в основном фиксируются микронарушения, нагреваются сильнее) [89]. Резкий скачок температуры может также являться следствием изменения химического состава. Так, например, в одном из исследований, было отмечено, что по достижению температуры разложения гидрогетита, входящего в состав руды, количество поглощаемой СВЧ мощности резко увеличивалось и скорость нагрева руды возрастала на порядок, что было связано преимущественно с изменениями её магнитных свойств [90].

В последнем случае примечательно, что само по себе разложение гидрогетита является частным случаем фазового перехода, так как в процессе вещество переходит из одного состояния в другое, а фазовые переходы I типа, согласно классической теории, не должны сопровождаться ростом

температуры (в данном случае вклад изменения магнитных свойств оказался более весомым).

Согласно законам термодинамики при плавлении температура остаётся неизменной потому, что подводимая тепловая энергия тратится на разрыв кристаллической решётки (при этом увеличивается потенциальная энергия молекул, а кинетическая остаётся постоянной). При кипении (парообразовании) температура также не увеличивается, так как вся подводимая тепловая энергия расходуется на разрыв связей между молекулами жидкости и увеличение расстояния между ними [91]. В исключительных случаях, когда потери системы превалируют над количеством поступающей энергии, температура руды при продолжающемся СВЧ облучении может даже снижаться. Температура вновь начинает планомерно повышаться только после завершения фазового перехода и перехода вещества в новую фазу.

Таким образом, в общем случае верно, что, если температура нагреваемого материала перестаёт изменяться, то передаваемая энергия либо полностью рассеивается (что маловероятно, если условия облучения не изменялись), либо уравнивается тепловыми потерями (излучением, теплопроводностью, конвекцией). То есть энергия не растрачивается на повышение температуры, а уходит из системы или расходуется на внутренние процессы, не вызывающие дальнейшего нагрева.

В соответствии с данной логикой справедливо предположение о том, что если в рамках температурного контроля облучаемой в СВЧ печи руды будет зафиксировано существенное замедление роста температуры, то это будет свидетельствовать об активном расходе энергии на внутренние преобразования, в том числе связанные с образованием микротрещин.

В подтверждение этой гипотезы в рамках диссертационного исследования проведена серия экспериментов, включающая нагрев, тепловой контроль, рентгеновскую дифрактометрию и ультразвуковую дефектоскопию образцов пиритосодержащей руды.

Забегая вперёд, следует отметить, что на основе результатов теплового контроля удалось достаточно точно определить оптимальные длительности воздействия, обеспечивающие интенсивное фиксирование микроструктурных нарушений при минимальных энергозатратах. Эти результаты свидетельствуют о возможности использования полученных результатов как нового способа определения оптимальной длительности СВЧ-воздействия, что открывает перспективы для более точного и эффективного регулирования процессов обработки рудных материалов.

Таким образом, процесс нагрева руд в СВЧ-печи характеризуется рядом существенных особенностей, обусловленных как природой распространения электромагнитных волн внутри СВЧ-камеры, так и свойствами самой руды.

Прогнозирование степени нагрева является сложно осуществимой задачей. При этом роль теплового контроля зерен металлов в исследованиях воздействия СВЧ-полей на руду трудно переоценить. Отказаться от него при оценке влияния СВЧ полей на руду практически невозможно. Более того, результаты, представленные в настоящем исследовании, указывают на то, что методы теплового контроля позволяют не только лучше понять и оценить внутренние механизмы разрушения, но и оптимизировать режим микроволнового воздействия.

2.2. Подготовка образцов. Анализ гранулометрического состава зерен

Проведению экспериментов предшествовала подготовка образцов, этапы которой описаны в настоящем параграфе.

Прежде всего следует отметить, что все эксперименты, приведенные в настоящей работе, проводились на образцах кварцево-пиритовой руды, характеризующихся нулевой влагонасыщенностью и минимальной естественной трещиноватостью, что позволило исключить влияние упомянутых характеристик на результаты СВЧ обработки.

Для экспериментов были изготовлены образцы в виде распиленных по диаметру спилов кернов диаметром 62 мм и толщиной 5-6 мм. Минеральный состав исследуемых образцов на 99% состоял из пирита и кварца в различных пропорциях, поэтому влияние различных акцессорных минералов на результаты исследований было минимальным.

С целью получения максимально четкого очертания минеральных зерен несколько десятков образцов руды было отшлифовано и затем при одинаковых условиях отснято на 48-мегапиксельную широкоугольную камеру Quad Bayer (фокусное расстояние $f/1.79$; размер пикселя 1,6 мкм) с двух сторон. Снимки (рис. 2.2а [92]) были использованы для проведения микроанализа в программном продукте анализа и обработки изображений с открытым кодом ImageJ [93].

Анализ гранулометрического состава зерен образцов включал в себя работу с:

- масштабом, позволяющим перейти от пикселей к натуральным размерам;
- фильтрами для удаления посторонних шумов;
- пороговыми значениями оттенков, насыщенности и яркости через функцию `colorthreshold` для выделения зерен пирита и оценки занимаемой ими суммарной площади;
- геометрическими характеристиками выделяемых зерен для определения эквивалентного диаметра включений пирита, нахождения среднего для образца эквивалентного диаметра и ранжирования образцов по этому показателю.

Процентное содержание пирита определялось по двум сторонам образца как среднее значение отношения суммарной площади частиц пирита к площади рассматриваемой стороны образца.

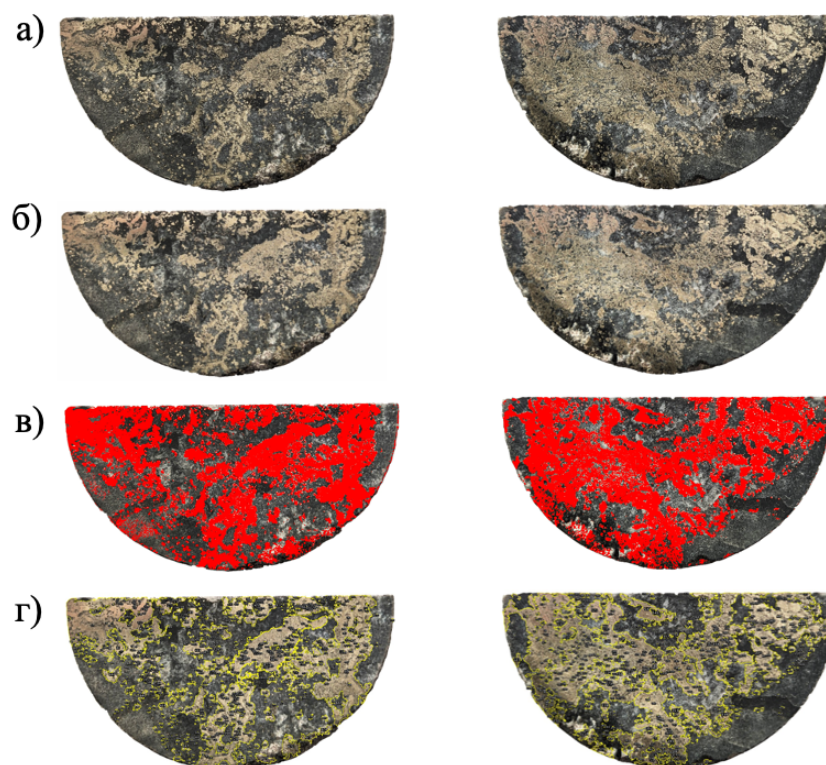


Рисунок 2.2 – Микроструктурный анализ двух сторон образца №2 в ImageJ:
а – исходный снимок отшлифованного образца; б – отфильтрованное изображение образца; в – изображение образца при определении общей площади (содержания) пирита; г – изображение образца при подсчёте площадей отдельных зёрен для определения их эквивалентных диаметров

Определение крупности пиритовых включений начиналось с расчёта эквивалентного диаметра каждого включения [94]:

$$d_{\pi} = \sqrt{\frac{4 \cdot S_{\pi}}{\pi}}, \quad (2.1)$$

где d_{π} – эквивалентный диаметр зерна пирита, мм;

S_{π} – площадь зерна пирита, мм² (определяемая в программе ImageJ), мм².

Затем по каждой стороне образца вычислялось содержание зёрен пирита с различными эквивалентными диаметрами. При этом зёрна пирита были классифицированы на 5 групп в соответствии с их крупностью (начиная с микровключений диаметром 0,1-0,5 мм и заканчивая зёрнами, эквивалентный диаметр которых составлял более 20 мм). В каждой группе определялось средневзвешенное значение эквивалентного диаметра. Полученные по каждой

из сторон образца величины усреднялись и использовались при дальнейшей обработке результатов (рис. 2.3). Через среднее значение эквивалентного диаметра в группе и процентное содержание каждой группы зёрен определялось средневзвешенное значение эквивалентного диаметра зерен пирита всего образца.

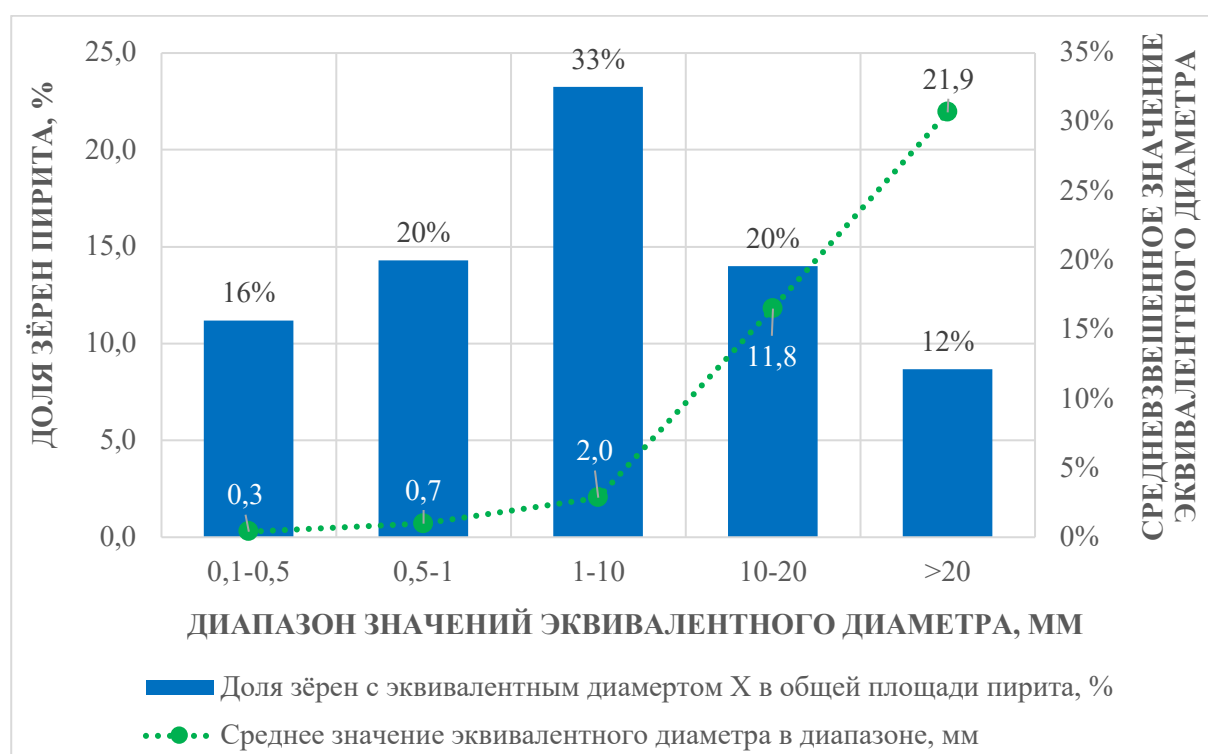


Рисунок 2.3 – Гранулометрический состав зёрен пирита образца №2 (пример)

На основе результатов микроанализа для экспериментов было отобрано восемь представительных образцов, отличающихся между собой содержанием и средневзвешенным значением эквивалентного диаметра зерен пирита (табл. 2.1). Все эти образцы неоднократно подвергались нагреву в СВЧ печи, при этом замеры температуры пиритовых зёрен осуществлялся после каждой итерации нагрева.

Два наиболее тонких образца были использованы для ультразвуковых исследований, остальные – для рентгеновских. Описание тих экспериментов будет подробно описано в последующих главах.

Таблица 2.1 – Характеристики образцов

Образцы предназначены для:	лазерной термометрии							
	рентгеновской дифрактометрии						ультразвуковой дефектоскопии	
Порядковый номер образца	2	4	6	12	18	24	3	5
Средневзвешенное значение эквива- лентного диаметра зерен пирита, мм	5,8	1,9	11,4	2,2	3,9	2,1	2,8	3,9
Содержание пирита, %	35,4	17,4	54,1	21,8	19,9	24,1	22,3	31,6

2.3. Методика проведения измерений температуры

Правильная организация процедуры измерений, выбор оборудования и условий проведения эксперимента являются залогом высокой точности и воспроизводимости результатов.

Температурный контроль, о котором пойдёт речь в данном параграфе, проводился по каждому образцу в отношении целевых зёрен пирита. Он осуществлялся неразрушающим дистанционным методом - лазерной термометрией [95], что позволило точно и быстро измерить температуру образца без его повреждения и осуществить в дальнейшем анализ механизмов тепловых преобразований в минералах.

Тестовый замер температуры зерна кварца был выполнен по аналогичной методике на том же оборудовании. Однако ввиду отсутствия значимых для целей настоящей работы эффектов эта часть исследований не приводится в настоящей работе. Информация о результате тестового нагрева будет кратко представлена в последующем параграфе.

Ниже, в таблице 2.2, представлено оборудование, используемое для проведения экспериментальной части исследования, посвященной нагреву руды и замеру температуры зёрен пирита.

Таблица 2.2 – Используемое оборудование (нагрев и термометрия)

№ п.п.	Используемое оборудование и основные характеристики	Функция оборудования	Выставляемый параметр
СВЧ-НАГРЕВ ОБРАЗЦОВ			
1.	СВЧ-печь Модель: «Электроника» Габариты: 37х42х60 см Мощность: 1300 Вт Частота излучения: 2450 МГц	Источник СВЧ-волн	Максимальная мощность
2.	Кювета с водой Объём: 500 мл	Поглощение избыточной энергии (демпфер)	Вода комнатной температуры
3.	Вентилятор	Охлаждение образца после нагрева (до комнатной температуры)	Максимальная мощность
ТЕМПЕРАТУРНЫЙ КОНТРОЛЬ			
4.	Пирометр высокотемпературный Модель: DT-8868H	Измерение температуры	Режим фиксации максимальной температуры
			Коэффициент излучения: 0,8
			Фокусирование лазерных указателей цели в одной точке (на одном и том же зерне пирита)

Как видно из таблицы 2.2, нагрев исследуемых образцов осуществлялся в СВЧ печи «Электроника» при мощности излучения 1300 Вт и частоте 2450 МГц., при этом каждый образец помещался в фиксированную область керамической подложки, установленной на дне печи.

Поскольку электромагнитные волны в СВЧ-печах могут распространяться неравномерно, создавая внутри камеры печи области с различной интенсивностью поля [96], перед проведением испытаний было необходимо убедиться в равномерности нагрева области керамической подложки, на которой располагался образец.

Для этих целей перед началом экспериментов было принято решение провести тестирование равномерности распределения температуры в области размещения образца с помощью легкоплавкого материала. В ходе эксперимента было установлено, что материал при кратковременном СВЧ

воздействии плавится равномерно, без сохранения непрогретых зон, что подтвердило равномерность прогрева в исследуемой области.

После фиксации образца в зоне равномерного прогрева печь включалась на непродолжительный период времени (15 с), по истечении которого высокотемпературным пирометром DT-8868H производилось измерение температуры зерна пирита. Изображение используемого оборудования представлено ниже на рисунке 2.4.



Рисунок 2.4 – Проведение замера температуры образца

Согласно рекомендациям [97] при температурах 100-500 °С, учитывая наличие серы в пирите и отсутствие окиси, коэффициент излучения, выставляемый на пирометре, был принят равным 0,8.

Таким образом, было допущено, что примерно 80% электромагнитной энергии, падающей на пирит, поглощается и превращается в тепло. При замере температуры лучи пирометра фокусировались на одно и то же зерно (конгломерат зерен) пирита, при этом на пирометре был выставлен режим фиксации максимальной температуры (рис. 2.5).



Рисунок 2.5 – Интерфейс пиромерта DT-8868H в момент замера температуры образца 5 после седьмой итерации нагрева

Поскольку малая толщина образцов и небольшой размер зерен пирита позволяли практически полностью исключить влияние диффузных процессов, температура, замеренная таким образом, при анализе результатов принималась за истинную температуру зерна пирита. Данное допущение основано на том, что в описанных условиях тепловой обмен происходил преимущественно за счет теплопроводности, обеспечивающей (ввиду малых размеров зёрен) равномерное распределение температуры по всему объему зерна. В результате внутри каждого зерна не возникало значительных градиентов температуры, а тепловые процессы протекали синхронно и однородно.

После остывания образца до комнатной температуры процесс измерений повторялся с увеличением времени СВЧ-воздействия на 15 с относительно предыдущего временного интервала до значения 135 с (всего 8 итераций нагрева).

При каждой итерации нагрева для поглощения избыточной энергии в печь помещалась кювета с 500 мл воды изначально комнатной температуры.

2.4. Обсуждение результатов температурного контроля

Проведенные измерения позволили построить временные зависимости температуры зерен пирита в различных образцах, представленные на рис. 2.6.

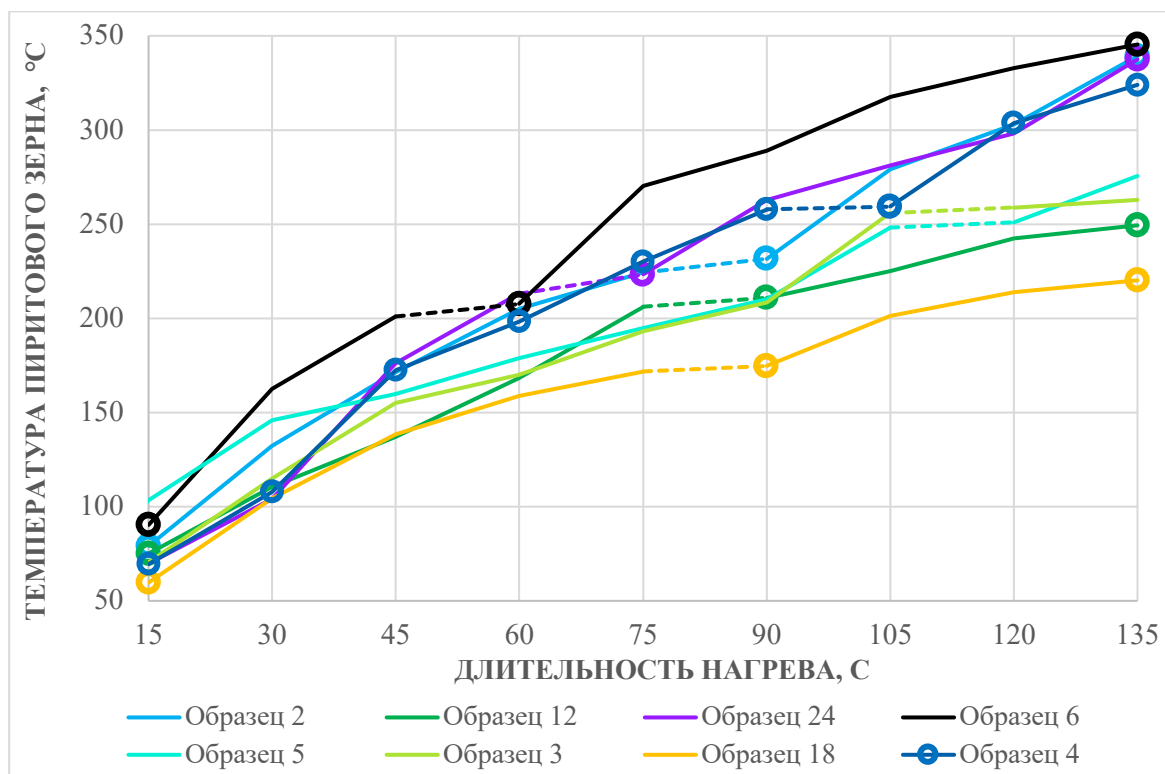


Рисунок 2.6 – Временные зависимости температуры зерен пирита в различных образцах (пунктирными линиями показаны участки стабилизации температуры, кругами – точки, в которых производилась рентгеновская дифрактометрия остывшего образца)

В ходе анализа построенных зависимостей было установлено, что у всех испытанных образцов на графиках присутствовали участки кратковременной стабилизации температуры зерен пирита (показанные на рис. 2.6 пунктиром), на которых при увеличении длительности нагрева не происходило значительного роста температуры. Прирост температуры на таких участках составлял менее 10 %.

В дальнейшем в работе подобные участки будут называться участками температурной стабилизации, а температура, соответствующая этим участкам – температурой стабилизации.

Величина в 10% была определена экспертным путём в связи с необходимостью выбора порогового значения, позволяющего однозначно разграничить участки температурной зависимости на предмет соответствия температурной стабилизации.

Вместе с тем, подобных участков в зернах кварца при тех же временах нагрева не наблюдалось (см. температурную зависимость рис. 2.7).

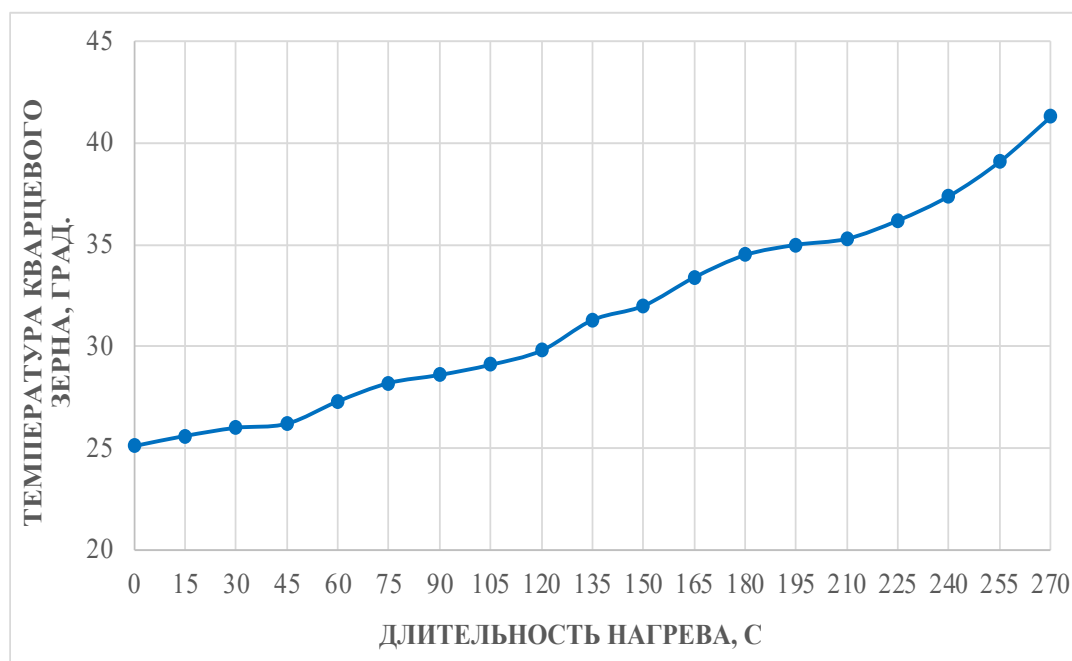


Рисунок 2.7 – Временная зависимость температуры зерен кварца

Из рисунка 2.6 видно, что участок температурной кривой, следующий за участком температурной стабилизации, в графиках большинства образцов как правило характеризуется самым значительным приростом температуры.

По результатам экспериментов были также построены корреляционные взаимосвязи между временем стабилизации температуры и содержанием/эквивалентным диаметром зерен пирита, обладающие достаточной степенью достоверности: коэффициент детерминации в обоих случаях составил более 90%, что указывает на выраженный линейный характер зависимости (рис. 2.8-2.9).

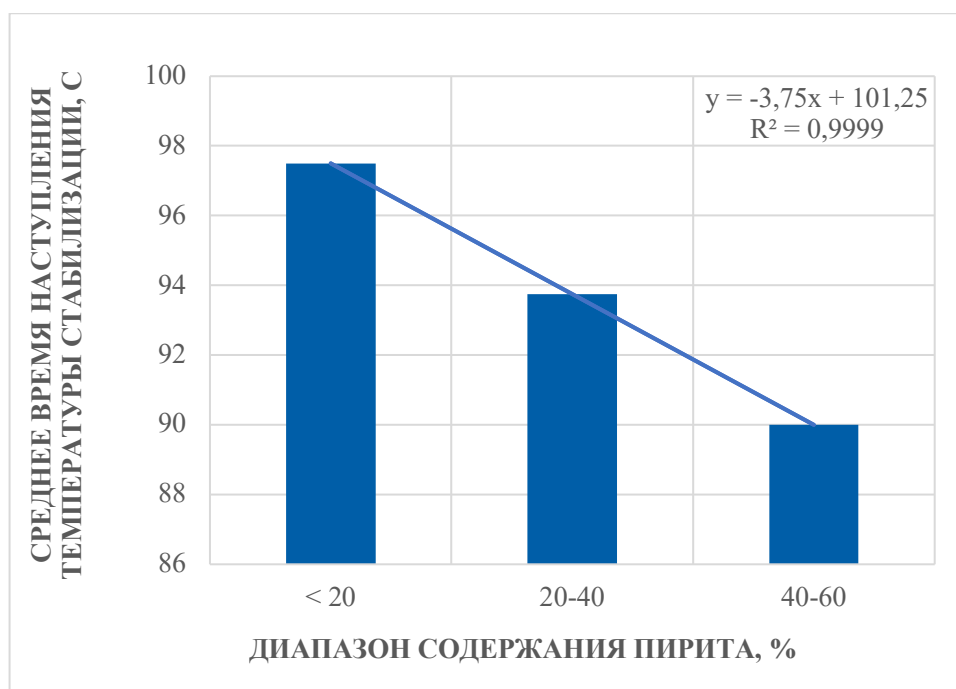


Рисунок 2.8 – Корреляционная взаимосвязь времени достижения стабилизации температуры зерен пирита с его содержанием

Анализ гистограмм, представленных на рисунках 2.8–2.9, позволяет сделать вывод о том, что в образцах с более высоким содержанием и крупностью зерен пирита температура стабилизации достигается быстрее. Это свидетельствует о том, что для нагрева высококондиционной руды до температуры стабилизации будет затрачиваться меньшая энергия по сравнению с низкокондиционной рудой.

Полученные результаты также подчеркивают важность учета морфологических характеристик пирита при оптимизации режимов обработки и прогнозировании тепловых режимов в процессе микроволновой обработки рудных образцов.

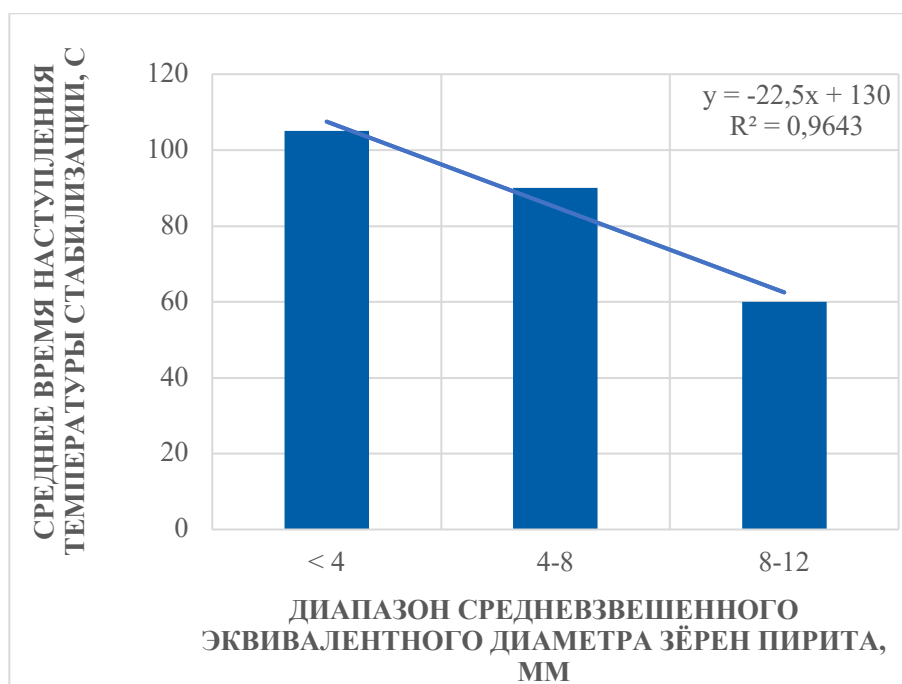


Рисунок 2.9 – Корреляционная взаимосвязь времени достижения стабилизации температуры зерен пирита с крупностью его зёрен

Представленные во второй главе результаты исследований позволили сформулировать первое научное положение: «Экспериментально подтвержден эффект проявления кратковременной стабилизации температуры зерен пирита при нагревании в СВЧ-полях и выявлены закономерности его наступления в зависимости от крупности зерен и их содержания».

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ПИРИТА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ СВЧ-ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ПИРИТОСОДЕРЖАЩИЕ РУДЫ

3.1. Проведение рентгеновской дифрактометрии и анализ её результатов

Рентгеновская дифрактометрия представляет собой высокоэффективный аналитический метод определения структурных характеристик кристаллических веществ [98]. Данные, полученные в ходе рентгеновской дифрактометрии, могут быть использованы для расчета параметров кристаллической решетки. Рассмотрим основные из них.

Интенсивность пика указывает на количество кристаллической фазы и (частично) её ориентацию. Чем выше интегральная интенсивность пика, тем большее количество кристаллической фазы присутствует в образце. Если дифрактограмма представлена несколькими минералами, более яркий пик указывает на доминирование конкретной фазы. Кроме того, распределение интенсивности пиков в некоторой степени позволяет судить об ориентации кристаллов. В случае текстурированных материалов, определённые плоскости могут быть ориентированы преимущественно в одних и тех же направлениях, что приводит к усилению интенсивности соответствующих пиков.

Ширина пика является метрикой размера кристаллитов и наличия дефектов. Чем уже и острее пик, тем больше размер кристаллитов и выше степень кристаллической упорядоченности. И наоборот, если пик широкий, это свидетельствует о малых размерах кристаллитов или наличии дефектов, таких как вакансии, дислокации и т.п., которые вызывают рассеяние энергии. Связь ширины пика с размером кристаллитов описывается формулой Шеррера (формула 3.1) [99].

Шириной линии β называется ширина линии такого прямоугольного профиля, у которого максимальная и интегральная величина интенсивности равны максимальной и интегральной интенсивности экспериментальной линии. Для упрощения расчетов за β принимают ширину рефлекса, которая измеряется на половине высоты пика – так называемую полуширину пика.

Исходя из интенсивности и ширины пика можно классифицировать образец по параметрам решётки как однородный и хорошо окристаллизованный, если материал даёт высокие узкие дифракционные пики, и как неоднородный и плохо окристаллизованный, если его пики низкие и широкие.

$$\beta = \frac{k\lambda}{D \cos \theta}, \quad (3.1)$$

где D – эффективный размер кристаллита, который зависит от формы и направл

ения кристаллической плоскости $[hkl]$;

λ – длина волны рентгеновского излучения;

θ – угол Вульфа-Брегга;

β – интегральная ширина линии (если считать, что всё уширение пика обусловлено размерами ОКР);

k – коэффициент, зависящий от формы кристаллита (для сферических частиц обычно принимается равным 0,9 [100, 101, 102]).

Наличие дополнительных пиков, не принадлежащих анализируемому минералу, может указывать на наличие примесей или вторичных фаз. Анализ таких дополнительных пиков даёт возможность получить полную картину о составе и структуре исследуемого материала.

Межплоскостное расстояние служит ключевым параметром для идентификации конкретных кристаллографических плоскостей, а также для определения типа кристаллической решетки. Путем сравнения полученных значений межплоскостных расстояний с табличными данными стандартных

межплоскостных расстояний для различных кристаллических структур (например, гексагональной, кубической, тетрагональной) возможно определить, какие именно плоскости участвуют в дифракционном процессе. Это позволяет точно идентифицировать кристаллографические плоскости и, следовательно, определить тип кристаллической решетки (например, кубическую, гексагональную, ромбическую и др.).

Обозначенные выше метрики составляют основу рентгенофазового анализа [103], качественная составляющая которого в рамках описываемого исследования ограничивалась определением присутствующих в образце кристаллических фаз, их типа решетки и принадлежности к определённой пространственной группе. Количественная, в свою очередь, - получением более детальной информации о составе и структуре материала, включая определение доли каждой кристаллической фазы (рассматривался порядок значений для проверки сходимости с результатами микроанализа, выполненного в программном пакете Image J (табл. 2.1)), среднего размера кристаллитов (блоков мозаики) и деформационных изменений кристаллической решётки.

В ходе проведения рентгенофазового анализа все рентгеновские спектры шести отобранных для испытаний образцов были получены с использованием представленного на рис. 3.1 дифрактометра ADP2-01, работающего на основе монохроматического Fe K α излучения. Основные технические характеристики данного дифрактометра приведены в таблице 3.1.

Следует также отметить, что рентгенофазовый анализ, проведённый в рамках данной работы, характеризует не весь объём исследуемого образца, а лишь определённую его часть. Это обусловлено как низкой проникающей способностью рентгеновских лучей, так и конструктивными особенностями рентгеновского дифрактометра ADP2-01, который фокусирует излучение на ограниченной области образца. Использование вращения образца позволяет увеличить площадь исследуемой поверхности, однако охватить её полностью не представляется возможным.



Рисунок 3.1 – Компьютеризированный комплекс рентгеновской дифрактометрии ADP2-01 [104]

Таблица 3.1 – Используемое оборудование (рентгеновская дифрактометрия)

Используемое оборудование и его основные характеристики	Функция оборудования	Выставляемый параметр
Компьютеризированный комплекс рентгеновской дифрактометрии Модель: ADP2-01 Вид излучения: Fe K α излучение	Съёмка рентгенограмм	Длина волны – 1,93597 (Ang.)
		Число точек для сглаживания – 7
		Степень полинома фона – 4
		Порог чувствительности – 3,0 sigma
		Ширина основания пиков – 3,0 ПШПВ
		ПШПВ, град. – 0,120
		Асимметрия – 1,00
		Фактор формы – 0,60

Рентгенофазовый анализ, представленный в работе, начинался с идентификации минералов, составляющих исследуемую руду.

Работа по распознаванию пиков рентгенограмм осуществлялась с использованием баз данных эталонных образцов. Одной из наиболее

авторитетных и широко применяемых баз данных является International Centre for Diffraction Data (ICDD), которая содержит свыше 50 тысяч PDF-файлов экспериментальных порошковых дифрактограмм и около 300 тысяч теоретических (расчетных) дифрактограмм, охватывающих все классы соединений. База данных ICDD регулярно обновляется по мере проведения более точных измерений [105]. Именно она и использовалась для определения минералогического состава исследуемой руды.

В карточках, содержащихся в базе данных ICDD, представлены сведения о химическом составе вещества, размерах и симметрии элементарной ячейки кристалла, условиях проведения съемки и получения вещества, а также некоторых физических характеристиках, таких как оптические свойства, температуры фазовых переходов и т.д. Обязательными элементами каждой карточки являются название вещества, его химический состав, уровень достоверности данных (обозначения: «*» – высокая, «i» – средняя, «O» – низкая, «C» – расчетные показатели) и расположение дифракционных максимумов в виде межплоскостных расстояний (d) и интенсивности (I). Кроме того, всем пикам интенсивности приводятся значения индексов h , k , l .

Пример фрагмента карточек кварца 77-1060 (SiO_2) и пирита 71-1680 (FeS_2), содержащих информацию о дифракционных пиках, представлен в таблице 3.2.

Качественный анализ для определения кристаллических фаз в составе образца, их типа решетки и пространственной группы осуществлялся с помощью программы Search-Match.

После запуска программы в нее подгружался файл с данными рентгеновской дифрактометрии (табл. 3.3), в результате чего открывалась возможность подбора наиболее схожих дифрактограмм базы ICDD.

Таблица 3.2 – Фрагменты карточек пирита 71-1680 и кварца 77-1060

Кварц 77-1060 (Si O ₂)					Пирит 71-1680 (Fe S ₂)				
h	k	l	d	I	h	k	l	d	I
-1	-1	2	1.8188	111	-2	0	2	1.9152	479
-2	1	2	1.8188	111	-2	-2	1	1.8057	7
0	0	3	1.8023	4	-1	-2	2	1.8057	7
0	-2	2	1.6727	33	0	3	1	1.7130	1
2	0	2	1.6727	33	-3	1	0	1.7130	1
-1	1	3	1.6597	15	-1	-1	3	1.6333	929
1	0	3	1.6597	15	1	1	3	1.6333	929
1	2	0	1.6094	2	2	-2	2	1.5638	139
2	1	0	1.6094	2	-2	-2	2	1.5638	139
-1	-2	1	1.5425	80	0	-2	3	1.5024	165
-3	1	1	1.5425	80	3	0	2	1.5024	165
1	-2	3	1.4536	14	-1	-2	3	1.4477	217
-2	1	3	1.4536	14	2	1	3	1.4477	217

Таблица 3.3 – Фрагмент набора данных по результатам дифрактометрии (оригинальный формат представления данных изменён для улучшения визуального восприятия)

№	Угол (2θ), град	Площадь, усл. ед.	Интенсивность пика, усл. ед.	Полуширина пика, рад	Межплоскостное расстояние, Å
21	62,262	17,55	49	0,3307	1,8723
22	64,355	18,77	35	0,489	1,8177
23	65,566	18,53	37	0,4677	1,7877
24	70,787	6,04	12	0,4715	1,6713
25	72,714	37,59	111	0,3134	1,6329
26	74,358	11,95	26	0,4171	1,6018
27	76,499	11,99	30	0,3656	1,5636
28	77,746	17,42	33	0,4893	1,5424
29	80,26	10,18	22	0,4302	1,5019

Программой предусмотрена возможность двух режимов поиска: с помощью инструмента Restrictions вручную или автоматически через поиск в режиме Search-Match. При ручном поиске открывается виртуальная таблица Менделеева, где можно выбрать кристаллические фазы, учитывая наличие определенных химических элементов. Поиск можно ограничить только выбранными элементами или всеми соединениями, содержащими указанные элементы.

В рамках текущего исследования применялись оба режима поиска, поскольку такой подход давал возможность перепроверить результаты и выявить наилучшие совпадения.

С учётом мнения нескольких квалифицированных геологов и применения кристаллографической программы Search-Match было установлено, что руда, исследуемая в рамках настоящей диссертации, является двухкомпонентной и состоит из пирита с кубической сингонией и кварца с тригональной.

На представленном ниже рис 3.2 можно увидеть, результаты высокой сходимости съёмки спектра отснятых минералов образца 4 с эталонными дифрактограммами пирита 71-1680 и кварца 77-1060 (снизу представлены спектры эталонных минералов, сверху – результаты их сопоставления с отснятыми спектрами).

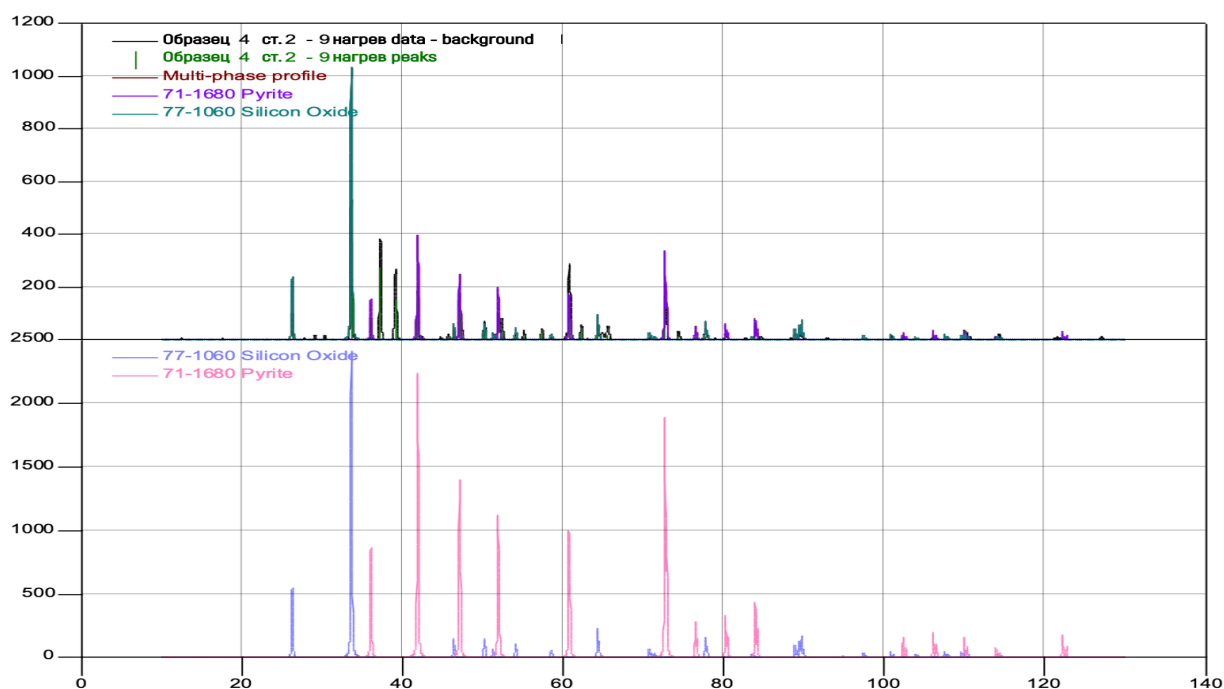


Рисунок 3.2 – Анализ минералов образца 4 ст 2. По оси ординат представлена интенсивность отраженного излучения (имп./с), по оси абсцисс – угол отражения 2θ (град.)

Пример фрагмента сформированного Search-Match отчёта для образца 4 представлен на следующем рис. 3.3. Среди прочего в нем можно увидеть

содержание минералов в руде («Concentration»). Можно заметить, что процентное содержание минералов, установленное таким путём (пирит – 26%, кварц – 73%) схоже, но при этом несколько отличается от определённого в программе Image J (таблица 2.1), что можно объяснить принципом работы используемого в исследовании рентгеновского дифрактометра, не позволяющего получить результаты дифрактометрии по всему образцу целиком, в связи с чем в дальнейшем за основу принимались именно значения, выверенные программным пакетом для микроанализа.

Crystallographica Search-Match Version 2, 0, 3, 1
Copyright © 1996-1999, Oxford Cryosystems
Report Compiled at 16:20 Wednesday, April 24, 2024

Sample / Data Collection Details

Sample

Sample NameОбразец 4 ст.2 - 9 нагрев.txt

Data CollectedWednesday, April 24, 2024

Matched Materials

A Pyrite		B Silicon Oxide	
Formula	Fe S ₂	Formula	Si O ₂
Pdf Number	71-1680	Pdf Number	77-1060
Figure of Merit	68%	Figure of Merit	60%
Total Peaks	42	Total Peaks	59
Peaks Matched	22	Peaks Matched	22
New Matches	22	New Matches	18
Strong Unmatched	0	Strong Unmatched	0
Peak Shift	0	Peak Shift	0
Scale Factor	0.413939	Scale Factor	0.998854
Concentration	0.261798	Concentration	0.738202
I / Icorundum	0.89	I / Icorundum	1.04

Рисунок 3.3 – Фрагмент результатов количественного анализа Образца 4 ст.2 (пример)

Для разграничения пиков кварца и пирита межплоскостные расстояния, полученные в ходе дифрактометрии, последовательно сравнивались с данными подобранных карточек, после чего каждому пику присваивается соответствующее значение (*hkl*).

Например, для идентификации высокоинтенсивного 25 пика, представленного в табл. 3.3, его межплоскостное расстояние (1,6329 Å) сопоставлялось с наиболее близкими межплоскостными расстояниями кварца и пирита табл. 3.2 (кварц: 1,6597 Å или 1,6094 Å; пирит: 1,6333 Å). Очевидно, что наибольшая сходимость в данном случае наблюдалась с пиком из карточки

пирита, который помимо всего прочего также характеризовался высокой интенсивностью. Таким образом было определено, что пик 25 анализируемой дифрактограммы соответствует пику пирита с индексами Миллера (hkl) – «113».

После определения принадлежности пиков конкретному минералу и присвоения значений (hkl), стал возможным переход к основной составляющей исследования, а именно к расчёту величины плотности дислокаций и анализу её изменения по каждому образцу в ходе СВЧ-нагрева.

3.2. Расчет плотности дислокаций

Съёмка рентгенограмм отобранных образцов осуществлялась на компьютеризированном комплексе рентгеновской дифрактометрии ADP2-01 перед первым нагревом, в период «температурной стабилизации» и по окончании работ. Образец № 4, выбранный в качестве контрольного, подвергался съёмке рентгенограмм после каждой итерации нагрева. На рис. 2.6 кругами отмечены моменты съёмки рентгенограмм всех образцов

Ниже на рис. 3.4 представлен пример такой рентгенограммы.

Исходными данными для расчетов по каждому из образцов являлись величины, определённые для пары плоскостей с высокой интенсивностью пиков (табл. 3.4): углы Q отражения рентгеновских лучей от атомных плоскостей (hkl) (углы Вульфа-Брегга), межплоскостные расстояния d , интенсивности I и полуширины пиков B .

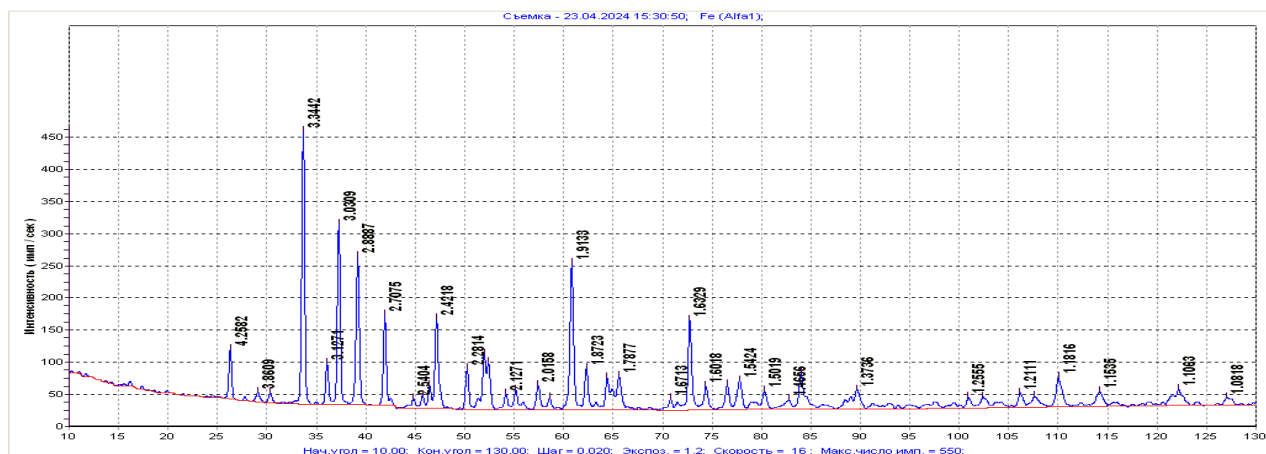


Рисунок 3.4 – Пример рентгенограммы (образец 4 ст 2 после 7 нагрева, температура стабилизации)

Знание этих величин позволило рассчитать величину плотности дислокаций ρ , которая физически представляет собой суммарную длину линейных дефектов кристаллической решётки типа обрыва или сдвига атомных плоскостей, отнесенную к объему кристалла:

$$\rho = \frac{\sum L}{V}, \quad (3.2)$$

где ρ – плотность дислокации, $\text{\AA}^{-2}$;

L – длина дислокации, $\text{\AA}$;

V – объём кристалла, $\text{\AA}^3$.

Расчёт плотности дислокации проводился по формулам (3.3) – (3.6) в соответствии со следующим алгоритмом:

- 1) Определялось физическое уширение пика [106]:

$$\beta = \sqrt{B^2 - b_{\text{эт}}^2} \cdot 1,0908 \cdot 10^{-4} \quad (3.3)$$

где β – физическое уширение пика, рад;

B – полуширина пика изучаемого минерала;

$b_{\text{эт}}$ – эталонная полуширина пика изучаемого минерала.

- 2) Рассчитывалась величина модуля упругости (для случая кубической сингонии, характерной для пирита) [107]:

$$E^{-1} = S_{11} - (2 \cdot S_{11} - 2 \cdot S_{12} - S_{44}) \cdot \frac{(k^2 \cdot l^2 + l^2 \cdot h^2 + h^2 \cdot k^2)}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (3.4)$$

где E – Модуль упругости, ГПа;

S_{11}, S_{12}, S_{44} – коэффициенты упругости пирита, ГПа⁻¹ (табличные данные);

h, k, l – индексы плоскости.

3) Вычислялся размер блока [108]:

$$D = \frac{\lambda \cdot \left(\frac{\sin Q_2}{\sin Q_1} - \frac{E_2}{E_1} \right)}{\beta_1 \cdot \cos Q_1 \cdot \frac{\sin Q_2}{\sin Q_1} - \beta_2 \cdot \cos Q_2 \cdot \frac{E_2}{E_1}} \quad (3.5)$$

где D – размер блока матрицы, Å;

λ – длина волны, Å;

β_1, β_2 – физическое уширение пика (для 1 и 2 плоскости с известными индексами hkl);

Q_1, Q_2 – угол Вульфа-Брегга отражения рентгеновских лучей от атомных плоскостей (для 1 и 2 плоскости с известными индексами hkl), рад;

E_1, E_2 – модуль упругости (для 1 и 2 плоскости с известными индексами hkl), Па.

4) Рассчитывалась плотность межблоковых дислокаций [109]

$$\rho = \frac{3 \cdot n}{D^2} \quad (3.6)$$

где ρ – плотность дислокации, Å⁻²;

n – число дислокаций на границе блока мозаики (при хаотическом распределении дислокаций $n = 1$);

D – размер блока матрицы, Å.

Исходные данные и результаты расчётов плотности дислокаций образцов представлены в табл. 3.4

Таблица 3.4 – Исходные данные и результаты расчетов значений плотностей дислокаций в зернах пирита

№ образца	Параметры	Временная отметка		
		0 с	Окончание этапа стабилизации температуры зерен пирита	135 с
6	$h_1k_1l_1/h_2k_2l_2$	-202/112		
	Q_1/Q_2 , град	60,75/51,92	60,71/51,88	60,68/51,87
	B_1/B_2	0,36/0,45	0,37/0,50	0,39/0,53
	$\beta_1/\beta_2, 10^{-5}$		0,56/2,46	1,64/3,05
	E_1/E_2	21,5/21,5		
	$D, \text{\AA}$		14902	16313
	$\rho, \text{\AA}^{-2}$		135,09	112,74
12	$h_1k_1l_1/h_2k_2l_2$	113/021		
	Q_1/Q_2 , град	72,7/47,09	72,68/47,02	72,63/47,01
	B_1/B_2	0,34/0,44	0,35/0,46	0,4/0,46
	$\beta_1/\beta_2, 10^{-5}$		0,79/1,27	1,95/1,29
	E_1/E_2	26,33/26,18		
	$D, \text{\AA}$		64547	103481
	$\rho, \text{\AA}^{-2}$		7,20	2,80
24	$h_1k_1l_1/h_2k_2l_2$	113/021		
	Q_1/Q_2 , град	72,7/47,13	72,65/47,07	72,67/47,11
	B_1/B_2	0,34/0,44	0,35/0,47	0,52/0,47
	$\beta_1/\beta_2, 10^{-5}$		0,53/1,77	4,29/1,80
	E_1/E_2	26,33/26,18		
	$D, \text{\AA}$		40674	186055
	$\rho, \text{\AA}^{-2}$		18,13	0,87
18	$h_1k_1l_1/h_2k_2l_2$	113/021		
	Q_1/Q_2 , град	72,64/47,05	72,68/47,07	72,63/47,03
	B_1/B_2	0,37/0,39	0,38/0,43	0,51/0,44
	$\beta_1/\beta_2, 10^{-5}$		0,51/2,00	3,78/2,05
	E_1/E_2	26,33/26,18		
	$D, \text{\AA}$		35440	83569
	$\rho, \text{\AA}^{-2}$		23,88	4,30
2	$h_1k_1l_1/h_2k_2l_2$	113/021		
	Q_1/Q_2 , град	72,73/47,12	72,68/47,07	72,58/47,5
	B_1/B_2	0,39/0,41	0,40/0,47	0,70/0,47
	$\beta_1/\beta_2, 10^{-5}$		0,89/2,46	6,35/2,48
	E_1/E_2	26,33/26,18		
	$D, \text{\AA}$		30045	215676
	$\rho, \text{\AA}^{-2}$		33,23	0,64

Продолжение табл. 2

№ образца	Параметры	Временная отметка		
		0 с	Окончание этапа стабилизации температуры зерен пирита	135 с
4	$h_1k_1l_1/h_2k_2l_2$	200/113		
	Q_1/Q_2 , град	41,85/72,68	41,9/72,71	41,89/72,71
	B_1/B_2	0,32/0,35	0,34/0,36	0,35/0,55
	β_1/β_2 , 10^{-5}		1,33/0,61	1,4/4,62
	E_1/E_2	34,5/26,33		
	D , Å		101049	291554
	ρ , Å ⁻²		2,94	0,35

3.3. Обсуждение закономерностей изменения плотности дислокаций в зернах пирита при СВЧ-воздействии

Графические иллюстрации результатов расчетов плотности дислокаций, а также зависимости данной величины от исходных характеристик образцов, таких как процентное содержание и размер зерен пирита, представлены на рисунках 3.5–3.10.

Из рисунка 3.5 следует, что значения плотности дислокации по окончанию эксперимента во всех образцах ниже, чем в период температурной стабилизации, что указывает на изменение внутренней структуры образцов руды в период отсутствия роста температуры [110].

Для проведения более подробного анализа данного эффекта обратимся к динамике плотности дислокаций контрольного образца 4, снятого после каждой итерации нагрева в СВЧ-печи, представленной на рис. 3.6.

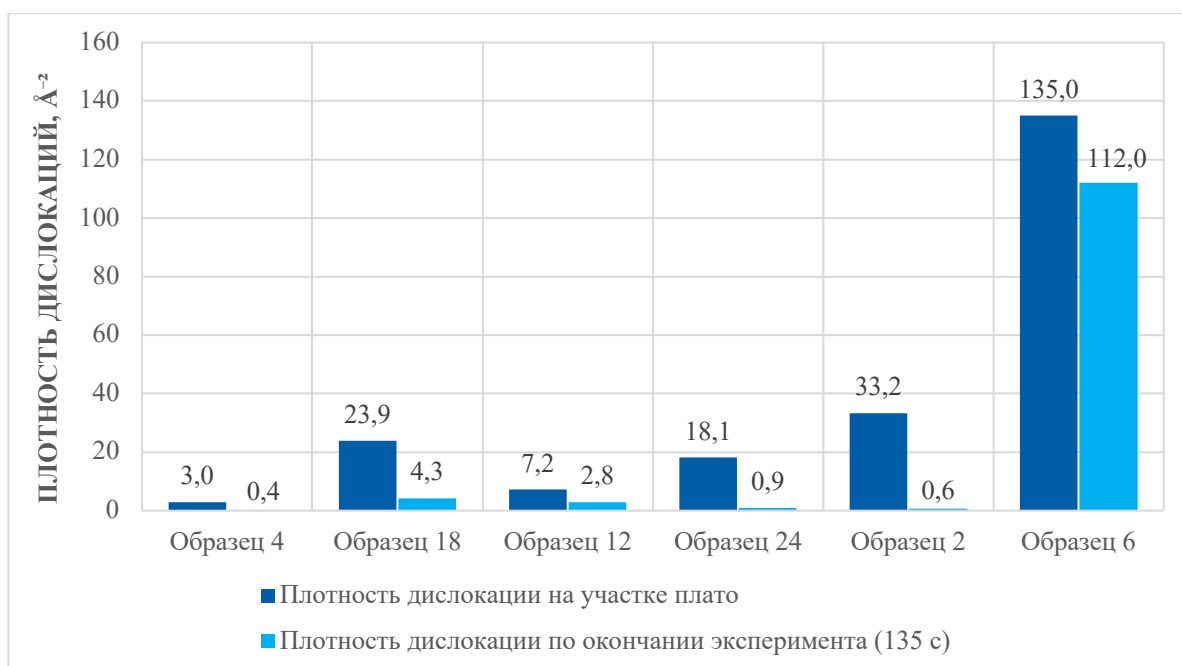


Рисунок 3.5 - Величина плотности дислокаций образцов в период стабилизации температуры и на момент окончания эксперимента

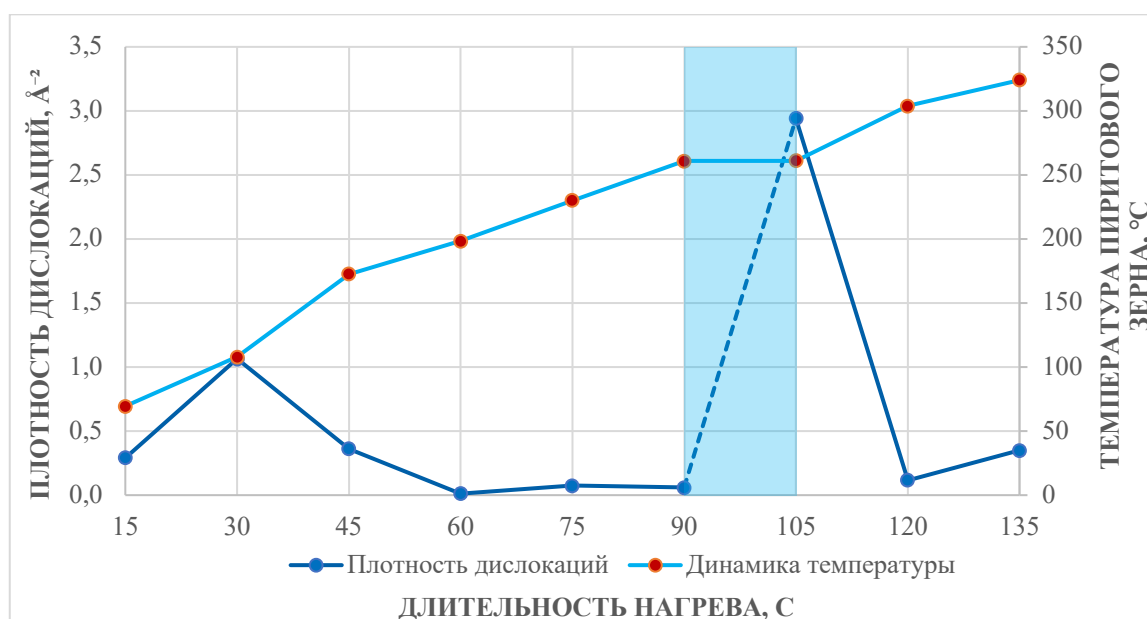


Рисунок 3.6 – Динамика изменения плотности дислокаций образца 4 при нагреве в СВЧ-печи

Как видно из рис. 3.6, в образце № 4 изменение величины плотности дислокаций в зернах пирита имеет сложный характер, но очевиден ее резкий рост в районе 90-й – 105-й секунд прогрева (в этот промежуток времени температура зерен пирита достигает 259°C, что соответствует участку

температурной стабилизации). По всей видимости, именно резким возрастанием величины плотности дислокаций и объясняется температурная стабилизация.

Известно, что с увеличением значения плотности дислокаций прочность образца растёт (повышенная плотность дислокаций препятствует их движению, что приводит к явлению «наклепа» (деформационного упрочнения). Однако при очень высокой плотности дислокаций прочность может снижаться [111]. Анализ результатов проведённого исследования даёт возможность предположить присутствие обоих процессов при СВЧ облучении пиритосодержащей руды.

Кроме того, из рис. 3.6 примечательно то, что до участка температурной стабилизации, а также сразу после него наблюдается весьма низкое значение плотности дислокации. Низкое значение плотности дислокации в первом случае вполне объяснимо – вероятнее всего, для этого участка графика характерно интенсивное тепловое расширение пирита, провоцирующее максимальные напряжения, не превосходящие предел прочности руды. Падение значения плотности дислокаций уже после их формирования гораздо более загадочный процесс, происходящий, по всей видимости, не только под влиянием теплового расширения пирита, требующий более детального изучения.

Незначительный рост плотности дислокаций к концу серии нагревов, который также можно увидеть на рис. 3.6, вероятнее всего, указывает на образование вторичных дислокаций. Тем не менее, стоит отметить, что после достижения температуры стабилизации никаких существенных изменений плотности дислокации не наблюдается, а абсолютное её значение держится на относительно низком уровне, что согласуется с ранее представленными результатами расчётов по остальным образцам (рис. 3.9).

На рисунках 3.7-3.8 представлены зависимости величины плотности дислокаций в зернах пирита, вычисленные после нагрева до окончания

периода стабилизации температуры зерна, от процентного содержания пирита и диаметра зерен.

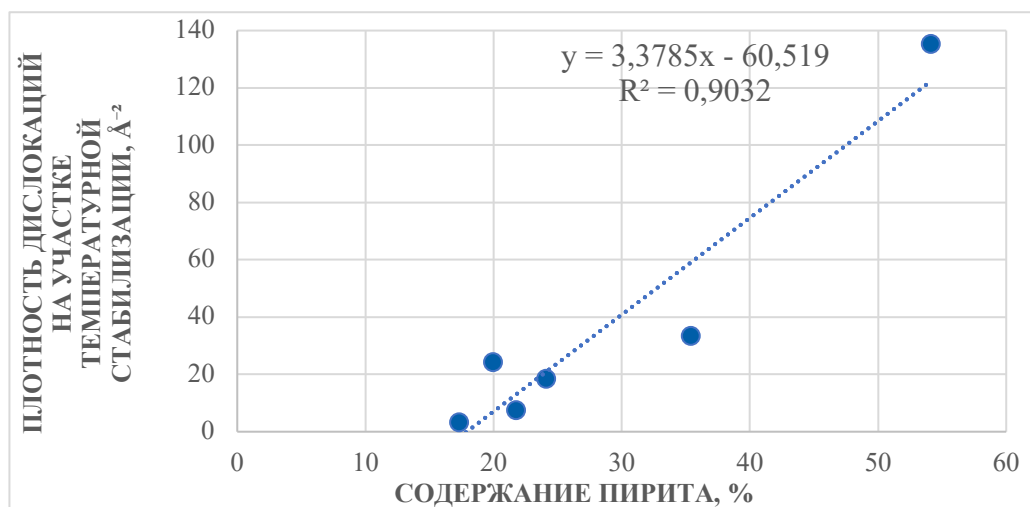


Рисунок 3.7 – Зависимость плотности дислокаций в период «температурной стабилизации» от процентного содержания пирита

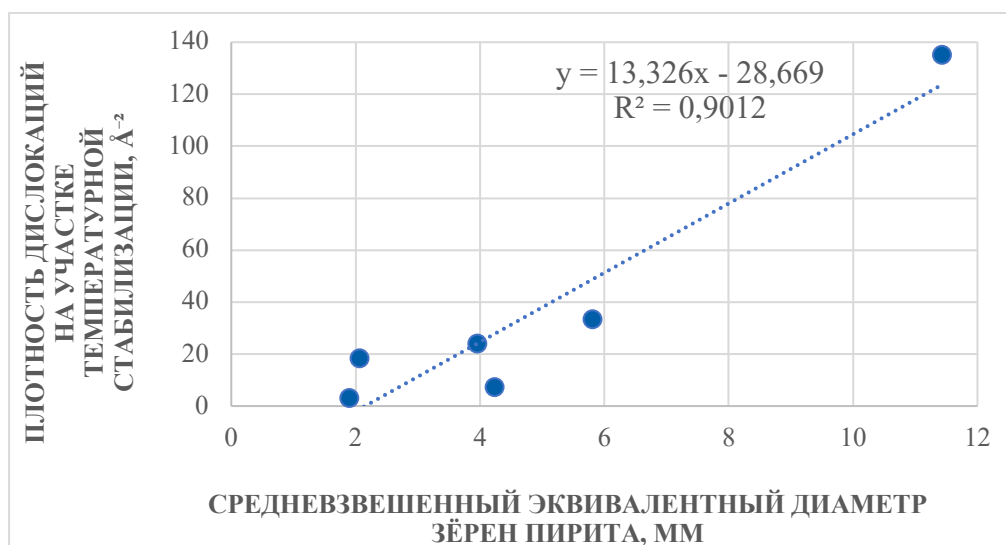


Рисунок 3.8 – Зависимость плотности дислокации в период «температурной стабилизации» от диаметра зёрен пирита

Из этих рисунков видно, что экстремальное значение плотности дислокаций в зернах пирита, рассчитанное на участке стабилизации их температуры, линейно растет с увеличением среднего эквивалентного диаметра зерен пирита и их процентного содержания.

Методика проведения исследований предусматривала съемку дифрактограмм всех образцов после достижения температурной стабилизации зерен пирита и по окончании эксперимента (после 135 с воздействия СВЧ), что

позволило рассчитать величины плотности дислокаций в этих временных интервалах. По вычисленным величинам была определена средняя скорость снижения величины плотности дислокаций (разность вычисленных значений, отнесенная к величине временного промежутка), зависимость которой от содержания пирита в образце и средневзвешенного эквивалентного диаметра зерен пирита представлена на рисунках 3.9-3.10.

Анализ этих зависимостей даёт основание утверждать, что в образцах с более крупными включениями пирита и большим его содержанием снижение плотности дислокации менее ощутимо, чем в остальных образцах. Эффект проявляется сильнее с ростом эквивалентного диаметра и процентного содержания зёрен пирита.

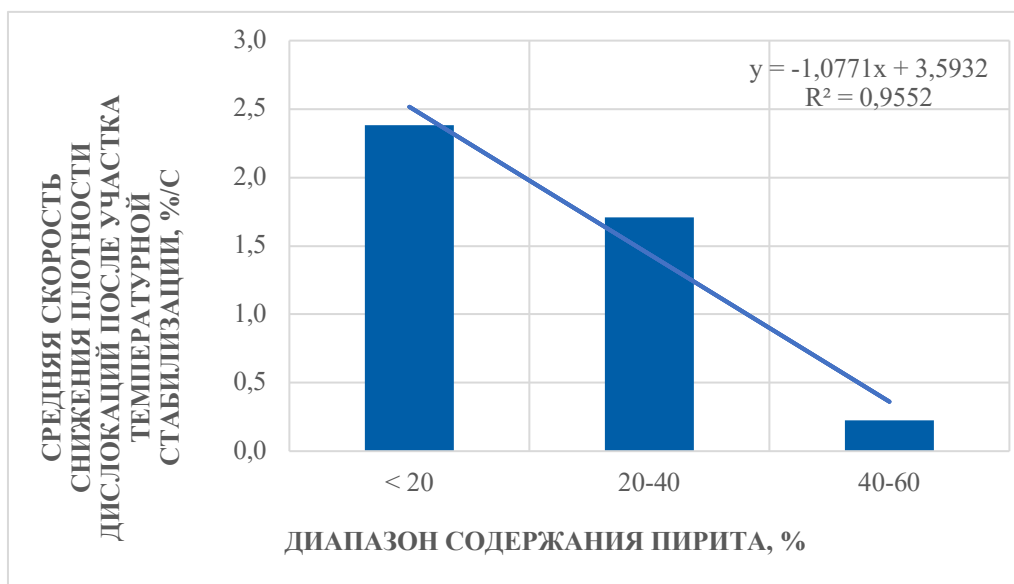


Рисунок 3.9 – Зависимость скорости снижения плотности дислокации после температурной стабилизации от содержания зёрен пирита

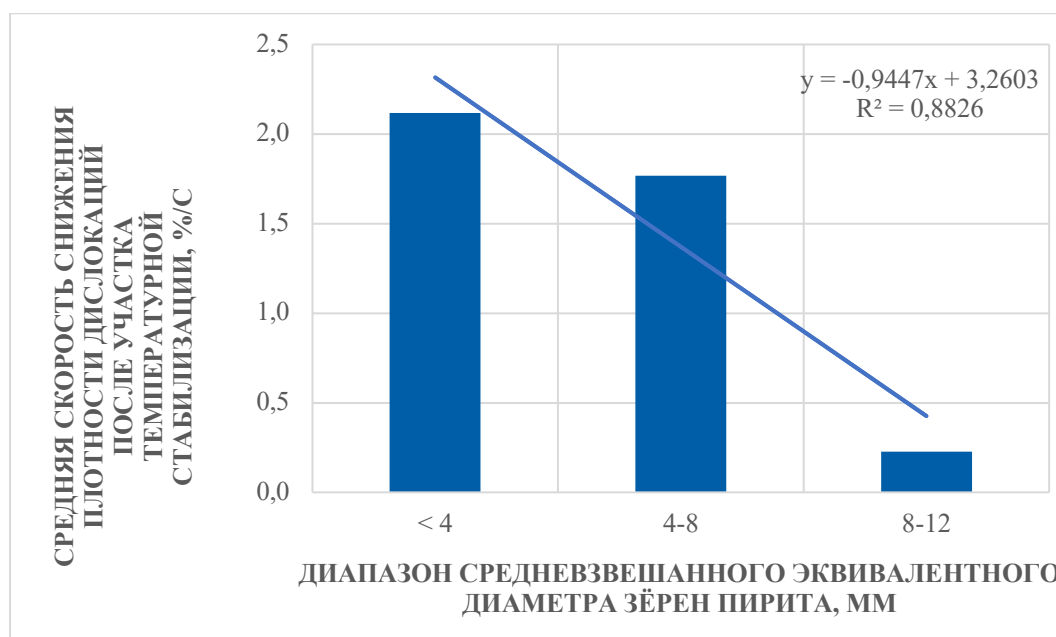


Рисунок 3.10 – Зависимость скорости снижения плотности дислокации после температурной стабилизации от диаметра зёрен пирита

Исследования, представленные в 3 главе, позволили сформулировать второе научное положение: «установлено резкое повышение плотности дислокаций в зернах пирита на этапе стабилизации их температуры, причем значения этой плотности увеличиваются с ростом диаметра зерен пирита и их процентного содержания, а при дальнейшем нагреве, сопровождающемся ростом температуры образца, снижаются».

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОГО МОДУЛЯ УПРУГОСТИ И МОДУЛЯ СДВИГА ПРИ СВЧ-ВОЗДЕЙСТВИИ НА ПИРИТОСОДЕРЖАЩИЕ РУДЫ

4.1. Основы ультразвуковой дефектоскопии, используемое оборудование: устройство и принцип работы лазерно-ультразвукового дефектоскопа

В зависимости от частотного диапазона волн акустические колебания подразделяют на [112]:

- 1) инфразвуковые (с частотами ниже порога слышимости человека, менее 15 Гц);
- 2) звуковые (соответствующие диапазону восприятия человеком, от 15 Гц до примерно 15 кГц);
- 3) ультразвуковые (с частотами выше порога слышимости, от 15 кГц до 1 ГГц);
- 4) гиперзвуковые (с частотами свыше 1 ГГц).

Неразрушающий контроль осуществляется за счёт ультразвуковых волн. Сам метод, предложенный С. Я. Соколовым в 1928 году, называется ультразвуковой дефектоскопией и предполагает исследование распространения ультразвуковых волн с частотами в диапазоне 0,5–25 МГц в контролируемых объектах с помощью специализированного оборудования: ультразвуковых преобразователей и дефектоскопов [113].

В настоящее время ультразвуковая дефектоскопия является одним из наиболее широко применяемых методов в области неразрушающего контроля. Благодаря высокой точности, безопасности и отсутствию разрушения объекта, ультразвуковая дефектоскопия зарекомендовала себя как эффективный и относительно простой инструмент диагностики, позволяющий быстро получить характеристику структурного состояния исследуемого объекта.

Принцип работы ультразвукового дефектоскопа основан на генерации, распространении и регистрации ультразвуковых волн в исследуемом материале.

На рисунке 4.1 представлена блок – схема лазерно-ультразвукового дефектоскопа [114]. Именно этот тип дефектоскопа был использован при выполнении диссертационного исследования.

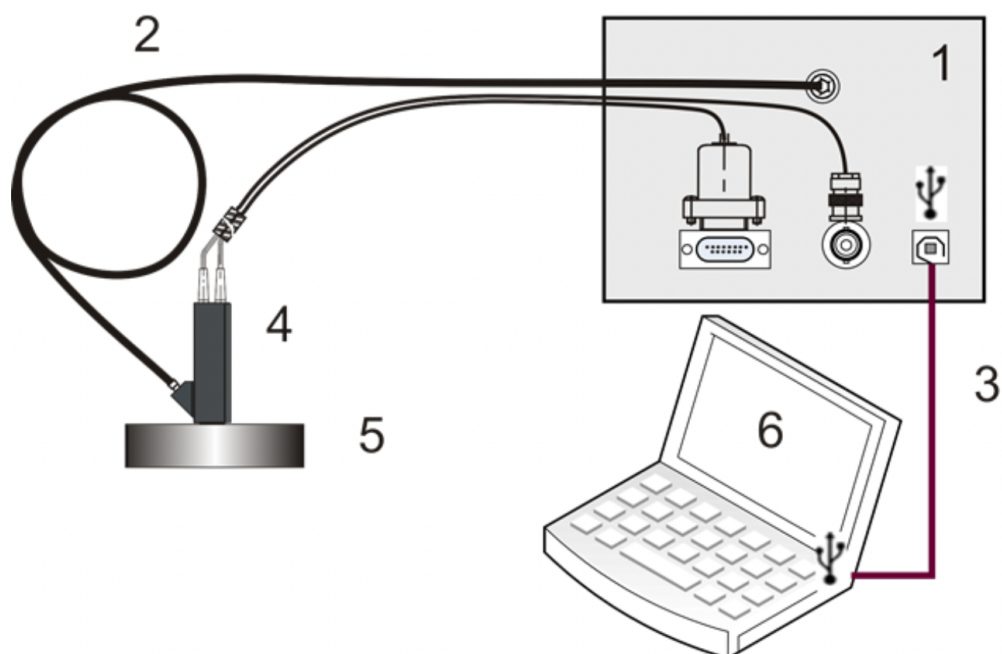


Рисунок 4.1 – Блок-схема лазерно-ультразвукового дефектоскопа. 1 – оптоэлектронный блок; 2 – оптоволоконный кабель; 3 – соединительный кабель связи портов; 4 – оптико-акустический преобразователь; 5 – исследуемый образец; 6 – ноутбук

Блок – схема включает в себя шесть объектов, каждый из которых выполняет свою уникальную функцию в процессе генерации, распространения и регистрации ультразвуковых волн:

Оптоэлектронный блок преобразует лазерные импульсы в электрические сигналы и наоборот, обеспечивая управление лазерным источником и прием ультразвуковых сигналов.

Оптоволоконный кабель передает лазерное излучение от оптоэлектронного блока к фокусирующей системе и обратно, обеспечивая

точное и безопасное направление лазерных импульсов на исследуемую поверхность.

Соединительный кабель связи портов служит для передачи данных между компьютером и управляющей системой дефектоскопа, а также для передачи команд и получения результатов обработки сигналов.

Исследуемый образец представляет собой объект контроля, в котором необходимо выявить структурные особенности с помощью ультразвуковых волн, генерируемых и регистрируемых системой.

Компьютер (ноутбук) позволяет осуществлять управление всей системой, обработку полученных сигналов, визуализацию результатов и хранение данных.

Оптико-акустический преобразователь, представляющий собой наиболее важный элемент системы, преобразует лазерные импульсы в ультразвуковые волны внутри исследуемого образца и регистрирует отраженные ультразвуковые сигналы [115]. Эффект достигается за счёт локального теплового расширения поверхности после воздействия лазера.

При встрече с дефектами, границами или изменениями структуры часть волн отражается обратно к датчику (преобразователю). Полученный сигнал усиливается и обрабатывается, а затем отображается на экране в виде сигнала или графика (рис. 4.2). Анализ времени прихода и амплитуды отраженных волн позволяет определить наличие, расположение и размеры дефектов внутри материала.

Ультразвуковые волны могут генерироваться не только благодаря лазерным импульсам оптико-акустического преобразователя, как следует из представленного примера. Более распространённым методом является применение пьезоэлектрических преобразователей (пьезоэлектрический метод), работающих за счёт кристаллов или керамических материалов, которые при подаче электрического сигнала механически деформируются, вызывая ультразвуковые колебания. Этот подход широко применяется в

практике ультразвуковой дефектоскопии благодаря своей эффективности и надежности.

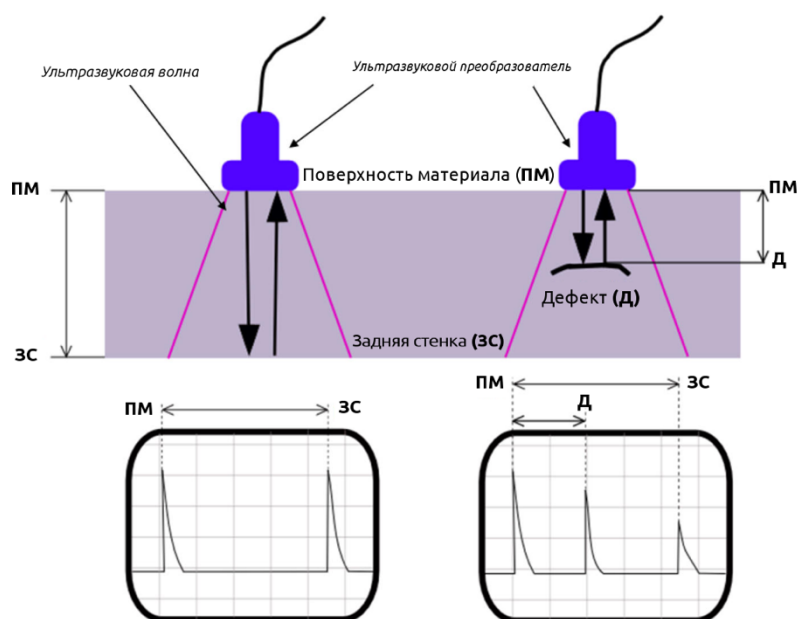


Рисунок 4.2 – Визуализация дефекта, зафиксированного ультразвуковым преобразователем [116]

Также возможно применение магнитострикционных и электромагнитострикционных преобразователей (электромагнитно-акустический метод), которые посредством воздействия магнитных или электромагнитных полей вызывают механические колебания в специальных материалах, порождая ультразвуковые волны.

Анализ процесса распространения ультразвуковых волн требует учета как свойств исследуемой среды, так и характеристик самих волн. В зависимости от характера распространения ультразвуковые волны подразделяются на три основные типа: линейные, поверхностные и объемные.

Линейные волны, характеризующиеся распространением колебаний вдоль одной линии, как правило, не являются типичным явлением в стандартных методах ультразвукового контроля, за исключением отдельных случаев, обусловленных особенностями конструкции или условий проведения исследования.

Поверхностные волны распространяются по границе раздела двух сред, например, по поверхности твердого тела или жидкости, где колебания ограничены границей. Они играют важную роль при контроле поверхностных дефектов и структурных особенностей.

Объемные волны возникают при распространении колебаний в трехмерных средах, таких как твердые тела, жидкости и газы, и характеризуются тем, что фронт их распространения представляет собой поверхность, сохраняющую свою форму и не сужающуюся до точки или линии. В ультразвуковой дефектоскопии именно объемные волны представляют наибольший интерес, поскольку обеспечивают проникновение вглубь объектов контроля и позволяют выявлять внутренние дефекты за счёт упругости среды.

Среда считается упругой, если между её частицами существуют силы взаимодействия, препятствующие произвольным деформациям. При возбуждении колебаний отдельных частиц упругой среды эти колебания передаются соседним частицам за счет упругих сил, что вызывает цепную реакцию, в результате которой колебания распространяются во всех направлениях. Этот процесс, характеризующий передачу механических возмущений внутри среды, называется распространением упругой волны.

В зависимости от характера колебаний частиц относительно направления распространения волны, объемные упругие волны делятся на два типа (рис. 4.3): продольные и поперечные. Продольные волны способны распространяться во всех упругих средах (твердых телах, жидкостях и газах) и не способны в вакууме, где механические колебания невозможны. В отличие от продольных, поперечные волны могут распространяться только в твердых телах и телах, обладающих способностью к деформации объема и формы. В жидкостях и газах поперечные волны не распространяются, поскольку в этих средах отсутствует способность к сдвиговым деформациям. [117].

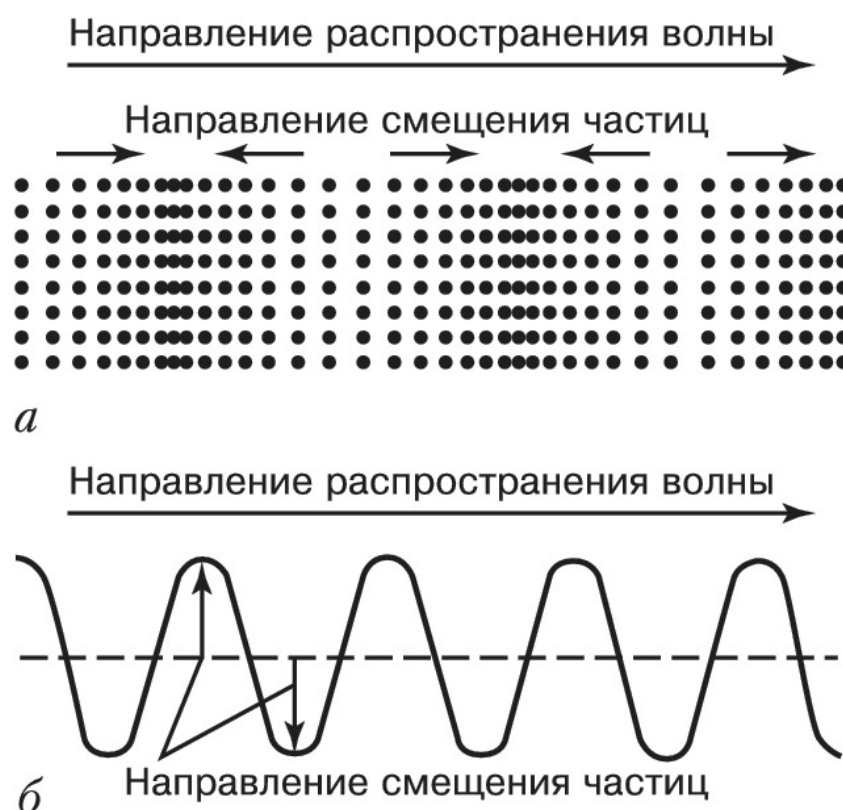


Рисунок 4.3 – Распространение продольной (а) и поперечной (б) волн в упругой среде [118]

В большинстве материалов скорость распространения поперечных (сдвиговых) волн ниже скорости продольных волн примерно на 40% - 60%. Такое различие в скоростях играет важную роль при анализе ультразвуковых сигналов, поскольку позволяет по времени прихода отраженных волн дифференцировать волны на графике для того, чтобы в последствии определить тип дефекта и его расположение внутри материала.

Скорость и амплитуда распространения акустических волн может существенно изменяться под влиянием таких процессов как затухание, поглощение и рассеяние энергии.

Затухание представляет собой процесс снижения амплитуды ультразвуковой волны по мере её распространения в материале, обусловленный явлениями поглощения и рассеяния энергии [119]. Поглощение ультразвуковых волн связано с выполнением работы над колеблющимися частицами среды, в результате чего часть энергии волны преобразуется в тепловую энергию, вызывая локальный нагрев материала.

Этот эффект особенно выражен в однородных, бесструктурных материалах, где отсутствует внутренняя зернистая структура. Рассеяние ультразвуковых волн, напротив, характерно для материалов с выраженной внутренней структурой, например, для металлов, обладающих зернистостью. При прохождении волны через такие материалы часть её энергии отражается и преломляется при столкновении с границами зерен, что ведет к рассеянию и снижению интенсивности передаваемой энергии. Этот процесс существенно влияет на характеристики распространения ультразвука и является важным фактором при интерпретации сигналов в неразрушающем контроле.

В однородных средах ультразвуковые волны сохраняют свою первоначальную траекторию распространения без отклонений. Изменение направления волнового фронта происходит при взаимодействии с границами раздела между средами, обладающими различными удельными акустическими сопротивлениями. При достижении такой границы часть энергии ультразвуковой волны рассеивается (отражается), а оставшаяся часть продолжает распространяться дальше. Степень отражения зависит от разницы в акустических сопротивлениях двух сред: чем более значительна эта разница, тем большее количество энергии отражается от границы.

В результате анизотропия физико-механических характеристик породы (гранулометрический состав, плотность, трещиноватость, пористость, модули упругости и сдвига и т.д.), сказывающаяся на вариативности акустических сопротивлений, оказывают прямое влияние на амплитуду отраженного сигнала.

Большие зерна породы обуславливают большое количество границ внутри материала, что ведет к усиленному рассеянию и, следовательно, к росту затухания волн (рис. 4.4). В результате скорость волн может снижаться из-за более сложной внутренней структуры.

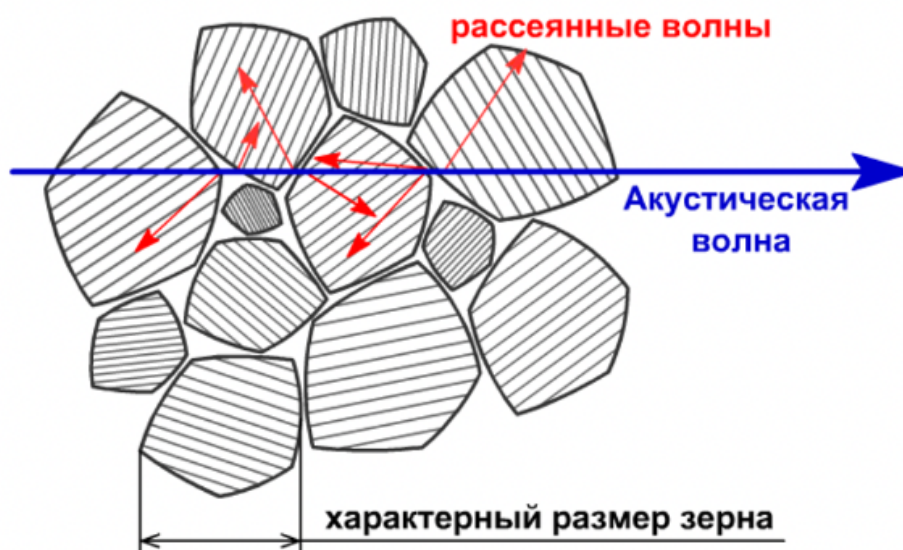


Рисунок 4.4 – Рассеивание энергии акустической волны при прохождении крупнозернистой породы [120]

Более плотные породы обладают высоким удельным акустическим сопротивлением, что способствует меньшему рассеянию и затуханию волн, и, соответственно, более высокой скорости их распространения. Меньшая плотность снижает сопротивление, увеличивая рассеяние и поглощение, что ведет к уменьшению скорости и усиленному затуханию.

Наличие трещин создает дополнительные границы с различными сопротивлениями, вызывая сильное отражение и рассеяние волн. Это увеличивает затухание и может приводить к локальному снижению скорости из-за изменения упругих свойств.

Высокая пористость увеличивает количество границ внутри материала, что усиливает рассеяние и поглощение волн, повышая затухание и снижая скорость распространения. Различия в сопротивлениях между пористой и плотной частью породы усиливают отражения.

Породы с высоким значением модуля упругости и/или модуля сдвига имеют более высокие скорости распространения продольных и поперечных волн, а также характеризуются меньшими затуханиями. Напротив, породы с

низкими значениями создают условия для снижения скорости и увеличения затухания ультразвуковой волны [121].

Таким образом, при прохождении ультразвуковой волны внутри объекта происходит рассеивание ее энергии, что отражается на времени распространения и амплитуде сигнала. Эти изменения обычно отображаются на экране аппаратуры в виде импульсов. Анализ времени прихода, формы и амплитуды отраженных волн дает возможность определить наличие, а в некоторых случаях и точное расположение, размеры дефектов внутри исследуемого объекта. При этом возможности интерпретации ограничиваются разрешающей способностью используемого оборудования, которая зависит от длины волны.

Разрешающая способность ультразвукового исследования, характеризующаяся возможностью дифференцировать и выявлять мелкие дефекты, определяется длиной звуковой волны, которая, в свою очередь, зависит от частоты возбуждаемых акустических колебаний (формула 4.1). Увеличение частоты приводит к уменьшению длины волны при постоянстве скорости, которая не зависит от обозначенных показателей и определяется механическими свойствами среды, рассмотренными выше.

$$\lambda = \frac{v}{f} \quad (4.1)$$

где λ – длина волны, м;

v – скорость распространения волны, м/с;

f – частота, Гц;

При размерах дефекта, превышающих половину длины волны, ультразвуковая волна практически полностью отражается от границы дефекта, что обеспечивает его четкую визуализацию. В противоположность этому, при размерах, значительно меньших длины волны, происходит эффект дифракции, когда волна огибает дефект, что снижает эффективность взаимодействия и ухудшает обнаружение таких мелких дефектов [122].

В связи с этим, для повышения разрешающей способности в ультразвуковой дефектоскопии принято стремиться к уменьшению длины волны через увеличение частоты колебаний. Однако, необходимо учитывать, что слишком высокая частота может сопровождаться усиленным затуханием, сокращающим глубину распространения волн и, следовательно, область контроля. В связи с этим, оптимальный диапазон частот, обеспечивающий баланс между разрешающей способностью и проникающей способностью, как правило, лежит в диапазоне от 0,5 до 10 МГц. Этот диапазон позволяет эффективно выявлять мелкие дефекты, сохраняя при этом достаточную глубину проникновения для практических задач неразрушающего контроля.

Рассмотренные процессы генерации, распространения и регистрации ультразвуковых волн составляют теоретическую основу ультразвукового контроля. Однако для формирования полноценного представления о данном виде контроля необходимо также знать различные подходы и схемы организации ультразвукового исследования. Эти схемы обеспечивают оптимальную адаптацию технологии к конкретным условиям и требованиям диагностики. Применение разнообразных методов и конфигураций позволяет повысить чувствительность, точность и эффективность обнаружения дефектов, что является важным аспектом повышения надежности и информативности ультразвуковых исследований.

На сегодняшний день используют большое количество способов организации ультразвукового контроля. Основные из них ещё в 1985 году были регламентированы ГОСТ-23829-85: эхо-метод, теневой, зеркально-теневой и эхо-зеркальный подходы (рис. 4.5). Каждый из этих методов имеет свои особенности, заключающиеся главным образом в уникальной схеме расположения источника и приёмника ультразвукового сигнала (методе регистрации данных) [123].

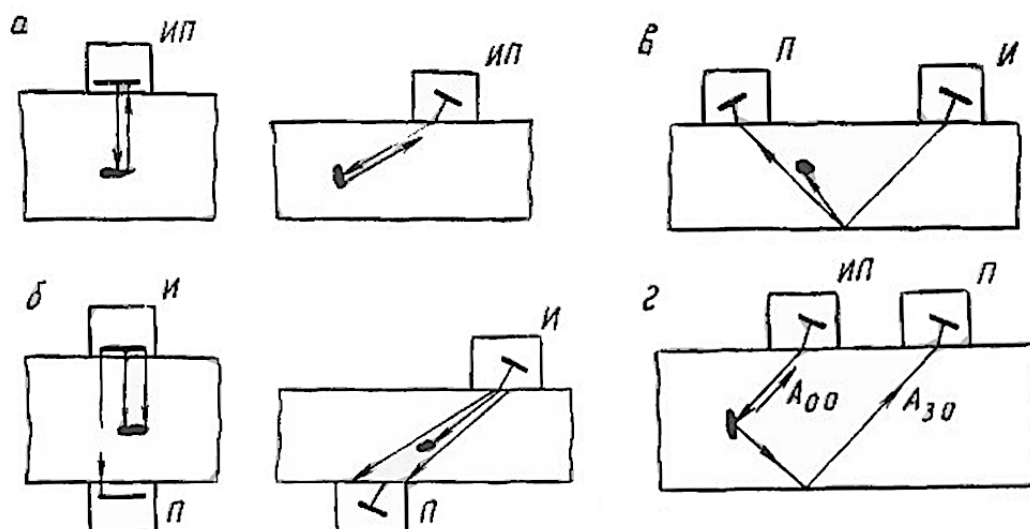


Рисунок 4.5 – Схемы использования основных методов УЗ-контроля: а – эхо-метод, б – теневой; в – зеркально-теневой, г – эхо-зеркальный. И – источник, П – приёмник [124]

Наиболее широко распространённым является эхо-метод или эхо-импульсный метод, основанный на использовании одного преобразователя, который одновременно выполняет функции генератора и приемника ультразвуковых колебаний. Преобразователь генерирует короткие импульсы, а затем регистрирует отражённые сигналы, возникающие при встрече волн с границами и дефектами внутри материала. Такой подход отличается высокой простотой реализации, поскольку исключает необходимость в сложных системах фиксации и совмещения осей при использовании двух преобразователей, как в дифракционно-временных методах. Кроме того, данный метод обеспечивает достаточно точное определение координат дефекта, таких как его глубина залегания и положение относительно преобразователя, что делает его незаменимым в практических условиях неразрушающего контроля.

В противоположность эхо-методу, теневой метод предполагает использование двух преобразователей, расположенных по обе стороны исследуемой детали, на одной акустической оси. Один из них функционирует как генератор ультразвуковых колебаний, а второй – как приемник. При

наличии дефекта фиксируется значительное снижение амплитуды принимаемого сигнала или его полное исчезновение, что обусловлено формированием акустической тени – зоны, в которой ультразвук не достигает приемника из-за отражения или поглощения внутри дефектной области.

Зеркально-теневой метод представляет собой развитие классического теневого подхода и предназначен для контроля деталей с двумя параллельными поверхностями. В этом случае анализируются отражения от противоположной грани изделия, а признаком дефекта служит исчезновение или существенное снижение амплитуды отражённых сигналов. Основное преимущество данного метода – возможность проведения контроля с одной стороны детали, что особенно актуально при ограниченных условиях доступа.

Наконец, зеркальный или эхо-зеркальный метод использует два преобразователя, расположенных с одной стороны объекта. Генерируемые ими ультразвуковые колебания отражаются от дефекта и возвращаются к приемнику, что позволяет выявлять дефекты, расположенные перпендикулярно поверхности контроля, например, трещины, расположенные в поперечном направлении относительно оси распространения волн. Такой подход широко применяется для обнаружения дефектов, расположенных в труднодоступных местах или в условиях ограниченного доступа к исследуемой поверхности.

4.2. Проведение ультразвуковых измерений и анализ их результатов

На сегодняшний день оптоэлектронные устройства и методы обработки сигналов считаются наиболее перспективными в контексте развития многофункциональных систем диагностики [125]. Особое значение имеют лазерно-ультразвуковые дефектоскопы, представляющие собой современные и высокотехнологичные инструменты неразрушающего контроля. В отличие от традиционных методов ультразвукового контроля, лазерно-ультразвуковой метод обладает рядом существенных преимуществ, а именно:

- контактность (метод может быть реализован без непосредственного контакта с поверхностью, что особенно важно при контроле горячих, труднодоступных или покрытых изоляционными слоями объектов).
- высокая точность (возможность получения ультразвуковых сигналов с высокой временной и пространственной точностью [126]).
- автоматизация (возможность автоматического сканирования и обработки данных, что в значительной степени облегчает воспроизводимость контроля).
- многофункциональность (метод подходит для контроля различных материалов, включая металлы, композиты, полимеры и др.).
- минимальное повреждение (исключает риск повреждения исследуемого объекта).

Отличие оптико-акустического подхода, основанного на использовании лазерно-ультразвуковых дефектоскопов, от традиционных ультразвуковых методов заключается в лазерном возбуждении коротких наносекундных импульсов со строго контролируемой формой [127], направляемых через оптоволокно и преобразующую призму к оптико-акустическому источнику (генератору), где на границе с образцом они поглощаются приповерхностным слоем жидкости (или геля) и приводят к быстрому местному нагреву, сопровождающемуся расширением облучаемого материала, и, в конечном счёте, к генерации акустических (ультразвуковых) волн (термоупругий эффект) [128].

Оптико-акустические исследования, представленные в данной работе, осуществлялись с помощью лазерно-ультразвукового дефектоскопа УДЛ-2М, обладающего высокой чувствительностью к дефектам внутренних слоев [129]. Принципиальная схема устройства совпадает с представленной на рис 4.1, внешний вид оборудования показан на рис. 4.6, характеристики отражены в таблице 4.1.

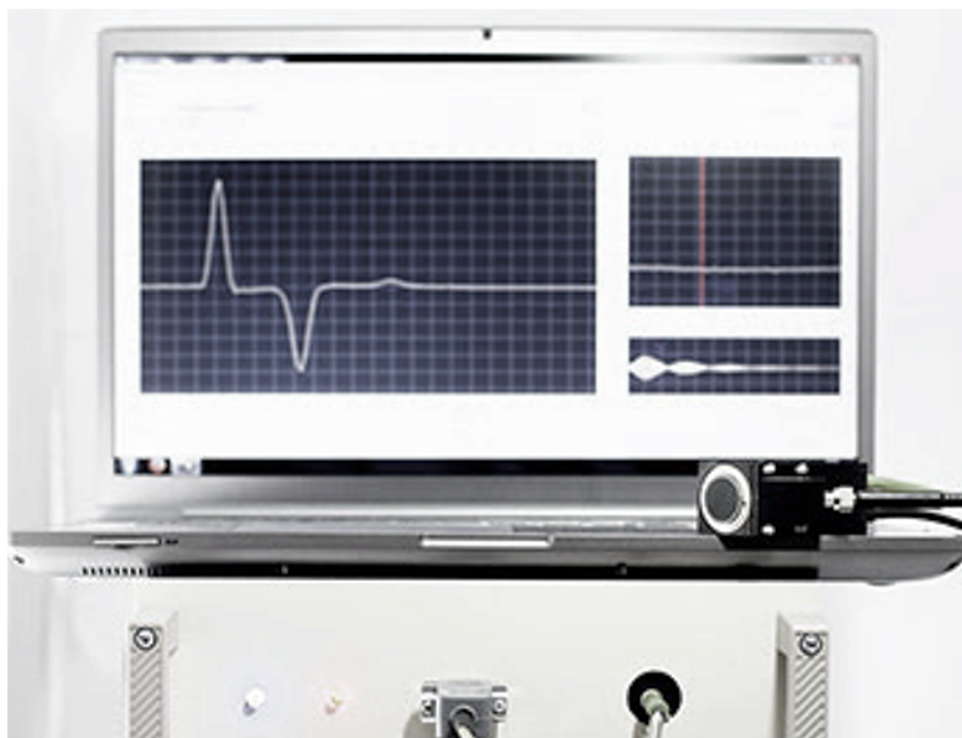


Рисунок 4.6 – Лазерно-ультразвуковой дефектоскоп УДЛ-2М с оптико-акустическим преобразователем ПЛУ-6П-01 [130]

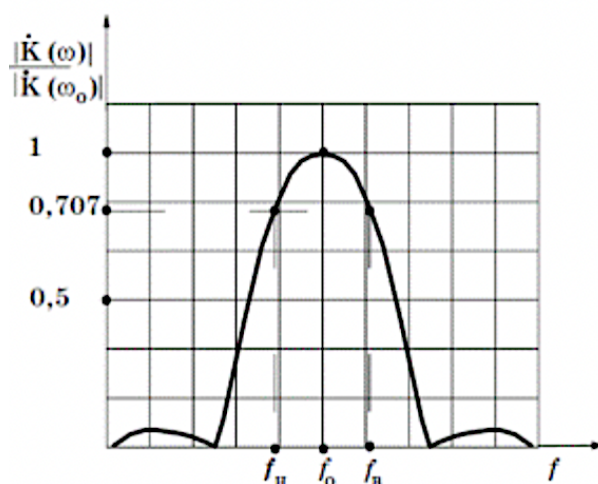
Исследования проводились в эхо-режиме, при котором источником и приёмником ультразвуковых волн выступает одно и то же устройство – оптико-акустический преобразователь [129]. Как видно из таблицы 4.1, использовалась широкополосная модель ПЛУ-6П-01, которая эффективно справляется с объектами толщиной 2-20 мм.

Широкополосные пьезоэлектрические приёмники (входят в состав преобразователей) не имеют явно выраженной резонансной частоты (частота, при которой амплитуда колебания пьезопластины максимальна) и имеют широкую полосу пропускания (диапазон частот, в пределах которого амплитуда колебания пьезопластины изменяется не более чем в два раза), в отличие от узкополосных, которые, напротив, имеют явно выраженную резонансную частоту и узкую полосу пропускания (рис. 4.7) [131]. В связи с этим широкополосные пьезоэлектрические приёмники имеют ряд преимуществ перед узкополосными моделями.

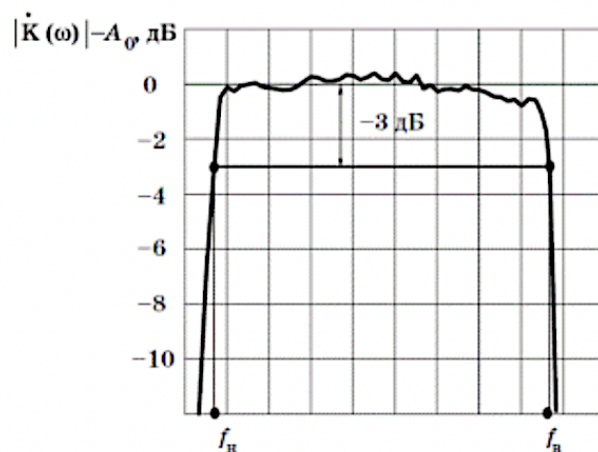
Таблица 4.1 – Используемое оборудование (ультразвуковая дефектоскопия)

Используемое оборудование и основные характеристики	Функция оборудования	Основные параметры
Лазерно-ультразвуковой дефектоскоп Модель: УДЛ-2М	Измерение времени прихода продольных и поперечных упругих волн	Рабочая полоса частот: 0,1-15 МГц (для преобразователя ПЛУ-6П-01)
		Толщина объектов контроля 0,2-100 мм
		Диапазон измеряемых значений скорости ультразвука $(0.1-99) \cdot 10^3$ м/с
		Предел допустимой относительной погрешности дефектоскопа при измерении скорости ультразвука ± 3 %
		Диаметр ультразвукового пучка: 3-4 мм

Основным достоинством является их способность работать в широком диапазоне частот, что обеспечивает большую гибкость при настройке и использовании в различных условиях. Это позволяет эффективно принимать сигналы с различными характеристиками, повышая чувствительность и точность обнаружения дефектов, особенно при анализе сложных структур или при необходимости получения более детальной информации о внутренней структуре объекта. Кроме того, широкополосные приемники лучше подходят для обработки импульсных сигналов и позволяют проводить более точную временную диагностику, что особенно важно при измерениях с высоким разрешением. В целом, такие устройства обеспечивают большую универсальность и повышенную эффективность ультразвукового контроля.



Узкополосный ПЭП



Широкополосный ПЭП

Рисунок 4.7 – Отличие узкополосных и широкополосных пьезоэлектрических приёмников [132]

Несмотря на это они характеризуются повышенной сложностью обработки сигналов, в частности, в связи с большей чувствительностью к шумам и помехам.

В рамках представленного исследования ультразвуковые замеры осуществлялись контактным способом на остывших до комнатной температуры образцах 3 и 5 после каждой итерации нагрева в СВЧ-печи, а также до начала испытаний. Отобранные образцы отличались относительно небольшой толщиной, имели ровную, отшлифованную поверхность, которая перед ультразвуковыми исследованиями подвергалась обезжириванию.

В целях минимизации ошибок и повышения точности результатов при каждой итерации ультразвуковой диагностики оптико-акустический преобразователь трижды прикладывали к одним и тем же помеченным зернам пирита (в одной и той же точке), при этом результаты замеров в рамках каждой итерации усреднялись.

Для улучшения распространения акустического сигнала место контакта оптико-акустического преобразователя ПЛУ-6П-01 с поверхностью образца смачивалось водой, что способствовало снижению отражения и поглощения ультразвука на границе раздела сред.

При проведении замеров в результате явлений отражения и преломления на границе раздела «генератор-образец» возникало три волны, которые регистрировались широкополосным пьезоэлектрическим приёмником. Первая продольная волна отражалась от границы раздела и сразу же направлялась к приёмнику (опорный сигнал), вторая продольная волна и образовавшаяся сдвиговая волны направлялись в исследуемый образец, частично рассеивались на различных неоднородностях, отражались от тыльной стороны образца и также регистрируются приёмником. Сигналы, зарегистрированные приёмником, после усиления обрабатывались с помощью специализированного программного обеспечения. В результате для каждого типа волны определялось время её распространения. За счет граничных условий импульс поперечной волны регистрировался позже первой продольной и раньше второй продольной волны [133].

Место контакта оптико-акустического преобразователя УДЛ-2М (ПЛУ-6П-01) и образца, а также происходящие при ультразвуковом замере процессы можно схематически изобразить так, как показано на рисунке 4.8.

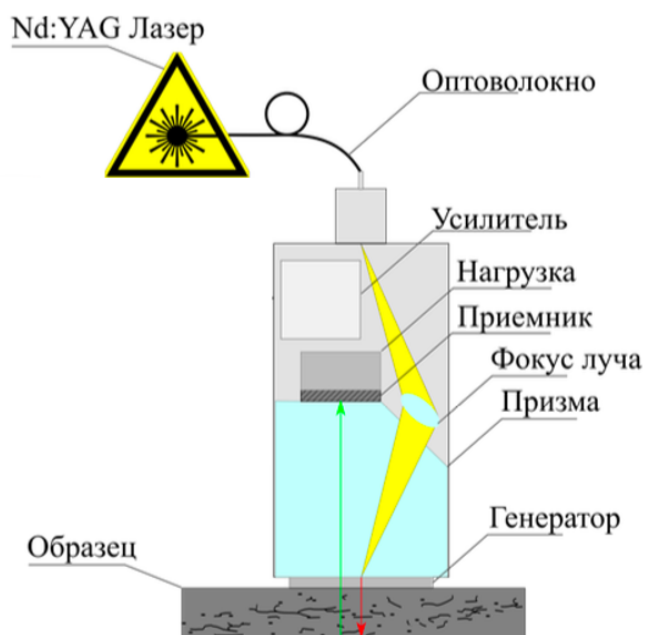


Рисунок 4.8 – Схема оптико-акустического преобразователя УДЛ-2М (ПЛУ-6П-01) [134]

Пример расшифровки временной формы сигнала, необходимой для произведения расчёта скоростей распространения продольной и сдвиговой волн представлен ниже на рис. 4.9, где $L_{01}^{П←}$ - зондирующий импульс, отражённый от границы раздела к приёмнику, $L_{02}^{П←}$ - опорный импульс для продольных волн, представляющий собой результат фиксации приёмником первой продольной волны, отражённой от границы раздела, $L_{эх0}^1$ – импульс первого отражения (от внутренней границы или дефекта) второй продольной волны через который с учётом зондирующего импульса ведётся расчёт времени прихода первой продольной волны, $L_{эх0}^2$ – импульс второго отражения второй продольной волны, по которому с учётом зондирующего импульса ведётся расчёт времени прихода второй продольной волны, $S_{эх0}$ – импульс отражения сдвиговой волны, положение которого определяется после дифференцирования сигнала (поскольку при работе с широкой полосой частот на время прихода импульса сдвиговой волны достаточно сильно влияет дифракция, для более точного определения его положения все полученные сигналы дифференцируются, при этом в точках максимума производная обращается в нуль, положение которого и регистрируется).

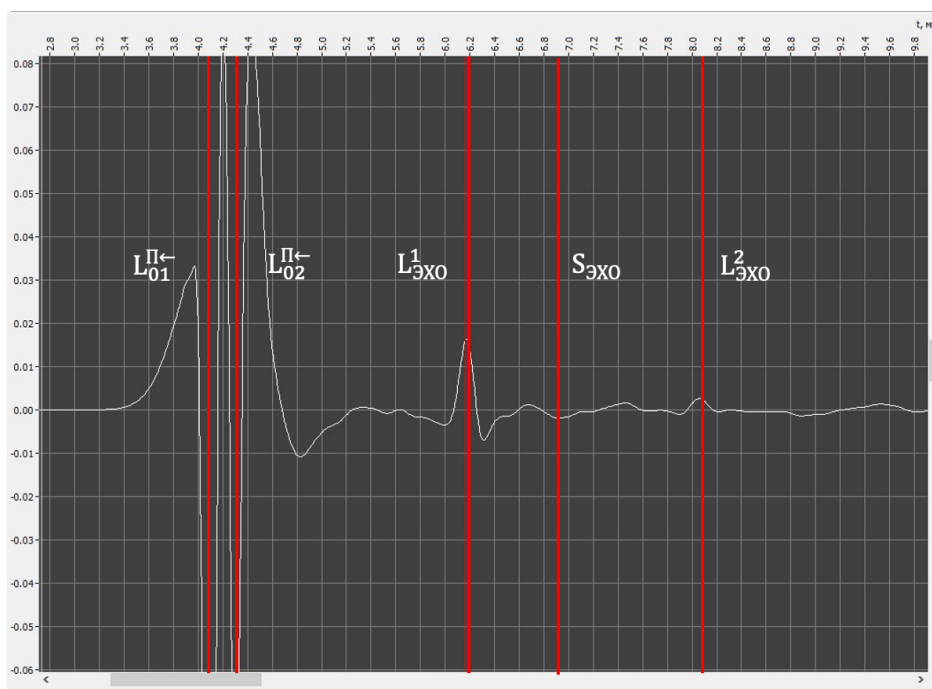


Рисунок 4.9 – Пример временной формы сигнала, полученной по образцу №3 (зерно пирита) до СВЧ-воздействия для расчёта скоростей прохождения продольной и сдвиговой волн

4.3. Методика проведения расчетов динамических модулей упругости и сдвига

Одной из задач настоящей диссертационной работы являлось проведение качественной и количественной оценки изменений внутренней структуры зёрен пирита образцов руды, подвергаемых СВЧ-воздействию. Решение данной задачи частично представлено в главе 3, посвящённой рентгеновским исследованиям, частично – в текущей главе, через оценку динамики изменения динамических модулей упругости и сдвига зёрен пирита, представленную в параграфе 4.4.

Модуль упругости и модуль сдвига являются объективными и легко определяемыми характеристиками, позволяющими точно оценить прочностные характеристики горных пород, испытывающих структурные преобразования вследствие нагрузки, что делает их предпочтительными в геотехнических и горных исследованиях.

Расчет динамических модулей упругости и сдвига является важной задачей неразрушающего контроля. Эти параметры дают возможность оценить важнейшие механические свойства материалов без разрушения объекта, что было крайне важно для задач настоящей диссертационной работы.

В отличие от статических модулей, динамические показатели учитывают особенности поведения материала при быстром и низкоинтенсивном деформировании, что особенно актуально для оценки состояния образцов после СВЧ – нагрева.

Используемый подход определения динамических модулей, как и подходы к определению многих других параметров [135], основан на расчёте скоростей распространения ультразвуковых волн внутри пиритовых зёрен исследуемых образцов, а также определении плотности этих зёрен (формулы 4.3, 4.4).

Расчёт скоростей продольных ультразвуковых волн, необходимых для определения динамических модулей упругости и сдвига, осуществлялся с учётом толщины образца и выверенного времени прихода сигналов продольной волны, отраженных от тыльной поверхности образца (принимаемых за первую и вторую продольную волну) [136] (формула 4.2). Расчёт скорости сдвиговой ультразвуковой волны осуществлялся с учётом скорости распространения продольной (формула 4.3).

- 1) Определение скорости распространения продольной волны:

$$v_p = \frac{2h}{T_{p2} - T_{p1}} \quad (4.2)$$

где v_p – скорость распространения продольной волны, м/с;

h – толщина образца, м;

T_{p1} – время прихода первой продольной волны, с;

T_{p2} – время прихода второй продольной волны, с.

- 2) Расчёт скорости распространения поперечной волны:

$$v_s = \frac{h}{(T_s - T_{p1}) + \frac{h}{v_p}} \quad (4.3)$$

где v_s – скорость распространения поперечной волны, м/с;

h – толщина образца, м;

T_s – время прихода сдвиговой волны, с;

T_{p1} – время прихода первой продольной волны, с.

- 3) Определение динамического модуля упругости:

$$E = \rho v_s^2 \left(3 - \frac{1}{\left(\frac{v_p}{v_s} \right)^2 - 1} \right) \quad (4.4)$$

где $\rho = 5000 \text{ кг/м}^3$ – плотность пирита;

v_s – скорость распространения поперечной волны, м/с;

v_p – скорость распространения продольной волны, м/с;

- 4) Расчёт динамического модуля сдвига:

$$E = \rho v_s^2,$$

где $\rho = 5000 \text{ кг/м}^3$ – плотность пирита;

v_s – скорость распространения поперечной волны, м/с.

(4.5)

Исходные данные и результаты расчёта, полученные в отношении каждого из задействованных образцов, представлены в таблице 4.2 .

Таблица 4.2 – Исходные данные и результаты расчета значений динамического модуля упругости

	Временная отметка									
	0 с	15 с	30 с	45 с	60 с	75 с	90 с	105 с	120 с	135 с
	Значения параметров образца 3									
$T_{p1}, \text{мс}$	6,20	6,19	6,20	6,27	6,32	6,38	6,15	6,39	6,49	6,43
$T_{p2}, \text{мкс}$	8,10	8,09	8,10	8,27	8,43	8,40	7,97	8,35	8,51	8,43
$T_s, \text{мкс}$	6,92	6,95	6,96	7,13	7,14	7,17	6,98	7,12	7,38	7,37
$v_p, \text{м/с}$	6709	6742	6709	6393	6057	6322	7037	6517	6347	6366
$v_s, \text{м/с}$	3813	3748	3725	3435	3400	3556	3687	3742	3370	3287
$E, \text{Гпа}$	183,42	179,31	177,20	153,01	146,80	160,40	178,21	175,62	148,05	142,46
$G, \text{Гпа}$	72,71	70,24	69,37	58,98	57,79	63,22	67,98	70,02	56,78	54,04
	Значения параметров образца 5									
$T_{p1}, \text{мс}$	5,99	6,01	6,00	6,04	6,08	6,10	6,37	6,20	6,13	6,18
$T_{p2}, \text{мкс}$	7,68	7,71	7,70	7,79	7,85	7,88	8,12	7,68	7,98	8,02
$T_s, \text{мкс}$	6,59	6,65	6,62	6,67	6,71	6,74	7,02	6,96	6,78	6,88
$v_p, \text{м/с}$	6841	6791	6835	6643	6578	6530	6631	7817	6270	6313
$v_s, \text{м/с}$	4005	3874	3939	3867	3852	3813	3802	3840	3683	3598
$E, \text{Гпа}$	198,78	188,84	194,12	185,95	183,81	180,45	181,40	197,75	167,71	163,01
$G, \text{Гпа}$	80,20	75,00	77,56	74,76	74,17	72,68	72,26	73,74	67,81	64,71

4.4. Обсуждение результатов ультразвуковых исследований

Графическое представление результатов, представленных в таблице 4.2, приведено на рисунках 4.10-4.11 (для динамического модуля упругости) и 4.12-4.13 (для динамического модуля сдвига).

Из приведенных на рис. 4.10-4.11 графиков хорошо видно, что значения динамического модуля упругости образцов пиритосодержащей руды постепенно достигают максимума перед стабилизацией температуры зерен пирита, и резко снижаются до минимальных значений в период окончания температурной стабилизации.

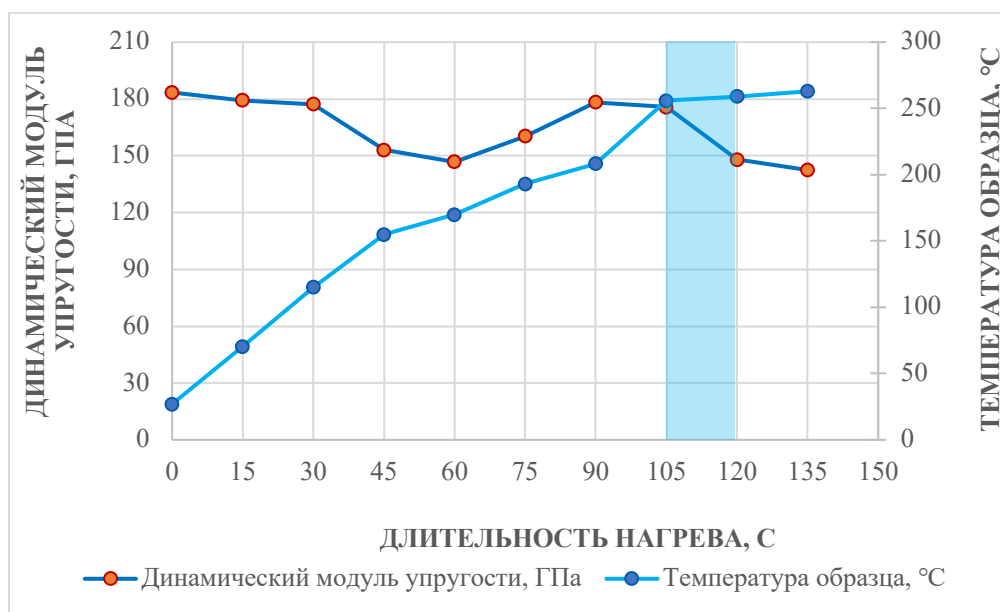


Рисунок 4.10 – Изменение значений динамического модуля упругости образца № 3 и температуры зерен пирита в зависимости от времени нагрева

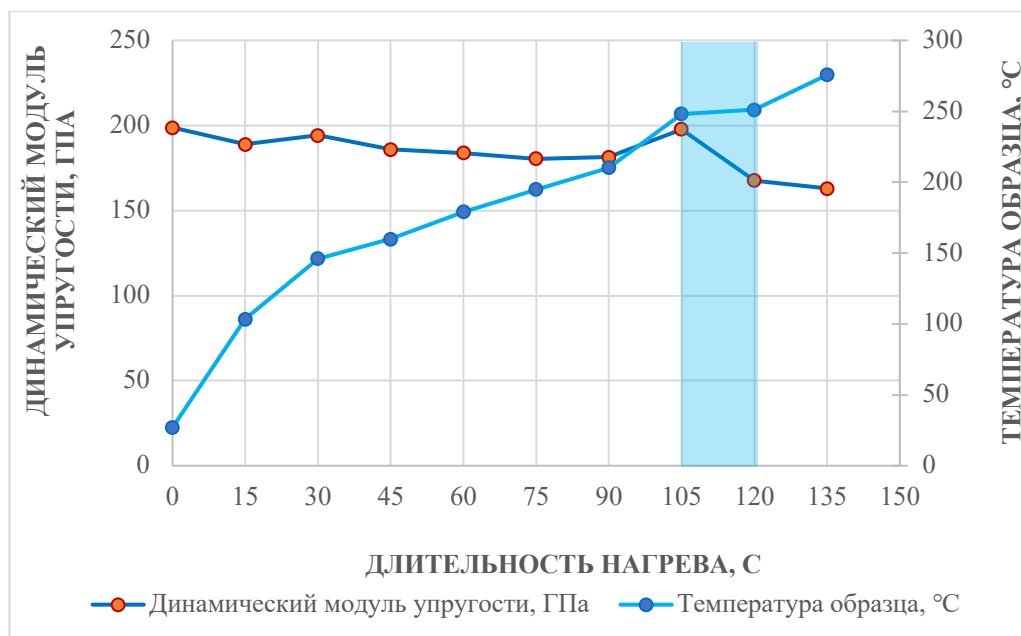


Рисунок 4.11 – Изменение значений динамического модуля упругости образца № 5 и температуры зерен пирита в зависимости от времени нагрева

Такое поведение указывает на формирование нарушений внутри зёрен пирита и близлежащих участков, поскольку микродеформации приводят к уменьшению скоростей ультразвуковых волн [137].

Таким образом, характер изменения динамического модуля упругости образцов пиритосодержащей руды показывает его существенное снижение на этапе стабилизации температуры зерен пирита при их СВЧ-нагреве, что согласуется с резким ростом плотности дислокаций на аналогичном этапе образца 4, отмеченном в третьей главе.

Аналогичная ситуация наблюдается с динамическим модулем сдвига, демонстрирующим способность зёрен пирита сопротивляться сдвиговым деформациям при высокочастотных нагрузках [138].

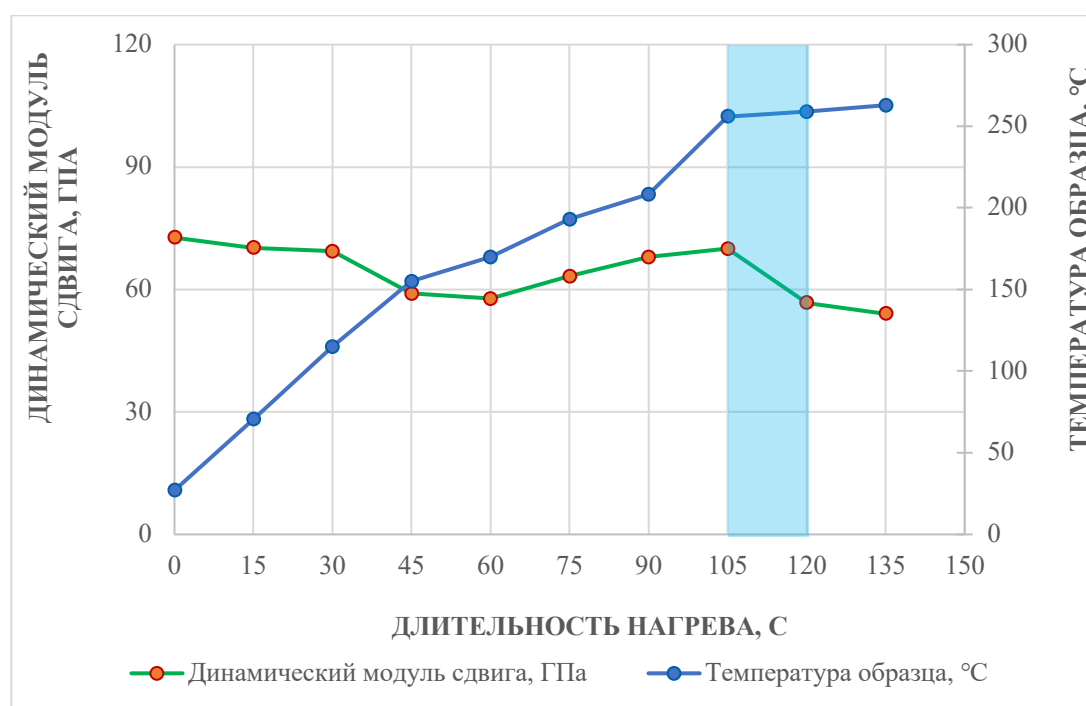


Рисунок 4.12 – Изменение значений динамического модуля сдвига образца № 3 и температуры пирита в зависимости от времени нагрева.

Как видно из рисунков 4.12-4.13, при наступлении температурной стабилизации значение динамического модуля сдвига резко снижается, что может указывать на формирование дислокаций в этот период. По выходу из участка температурной стабилизации графики модулей обоих образцов стабилизируются.

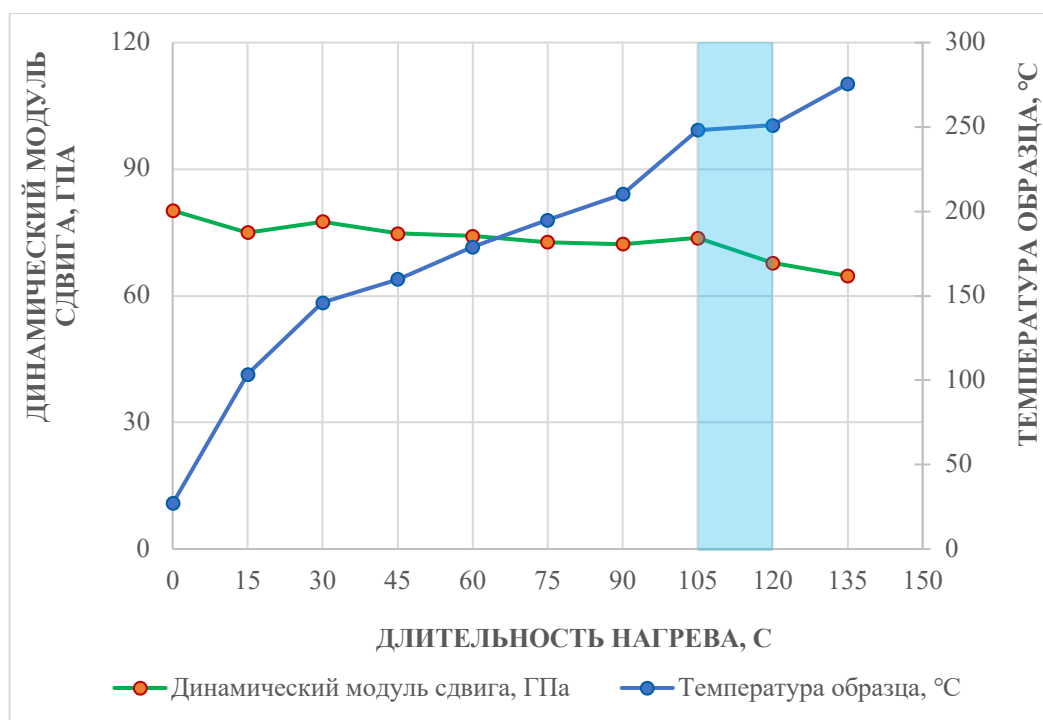


Рисунок 4.13 – Изменение значений динамического модуля сдвига образца № 5 и температуры зерен пирита в зависимости от времени нагрева

Исследования, представленные в 4 главе, позволили сформулировать третье научное положение: «установлено снижение динамического модуля упругости образцов пиритовой руды на этапе стабилизации температуры зерен пирита при их СВЧ-нагреве, что может служить основой для определения оптимального с точки зрения последующей дезинтеграции времени СВЧ-воздействия на пиритовую руду по времени окончания этапа стабилизации».

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации, представляющей собой законченную научно-квалификационную работу, на основании выполненных автором экспериментальных исследований содержится решение актуальной научной задачи обоснования оптимальных режимов обработки пиритосодержащих руд полями сверхвысокочастотного диапазона, что имеет существенное значение для повышения эффективности процессов рудоподготовки.

Основные научные результаты работы и выводы, полученные лично автором, заключаются в следующем:

1. Проведен анализ существующих технологических решений в области разрушения металлосодержащих руд, использующих СВЧ-воздействие. Рассмотрены сильные стороны СВЧ-технологии воздействия на горные породы, а также факторы, сдерживающие её широкое внедрение.

2. Исследованы временные закономерности изменения температуры образцов пиритосодержащей руды при их СВЧ-нагреве, подтвержден эффект проявления кратковременной стабилизации температуры зерен пирита при нагревании в СВЧ-полях и выявлены закономерности его наступления в зависимости от крупности зерен и их содержания.

3. Исследовано изменение внутренней структуры зерен пирита в зависимости от времени СВЧ-воздействия; установлен факт резкого повышения значений плотности дислокаций при стабилизации температуры зерен пирита; показано, что значения этой плотности увеличиваются с ростом диаметра зерен пирита и их процентного содержания.

4. Установлено, что динамический модуль упругости образцов пиритосодержащей руды постепенно достигает максимума перед стабилизацией температуры зерен пирита, и резко снижается до минимальных значений в период окончания температурной стабилизации, подтверждая существенные изменения в кристаллической решётке пирита.

5. Проведенные исследования позволили установить, что определять

оптимальное время СВЧ-воздействия на пиритовую руду возможно по времени стабилизации температуры зерен пирита при их СВЧ-нагреве.

6. Результаты диссертационной работы в части определения оптимального времени СВЧ-воздействия на пиритосодержащую руду по проявлению кратковременной стабилизации температуры минеральных зерен приняты к использованию при проведении лабораторных исследований в «Центре проблем метана и газодинамических явлений угольных и рудных месторождений» ИПКОН РАН.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Кубанова А.Н., Гвоздев А.Е., Протопопов Е.А. История зарождения и развития металлургической отрасли и её влияние на мировую промышленность // Чебышевский сборник. 2022. № 4 (85). С. 233-250.
2. От метеорита до крицы. Железо III – первой половины I тыс. до н.э. в Восточной Европе. Том 1. Историография, База данных-1, начало новых исследований: коллективная монография / отв. ред.: М.Т. Кашуба, М.А. Кулькова. Санкт-Петербург; Берлин: ИИМК РАН, 2021. 216 с.
3. Тулуш Д.К. Древняя металлургия Тувы: история исследования и современные перспективы // Научное обозрение Саяно-Алтая. 2017. № 1 (17). С. 48–52.
4. Металлургия и время: энциклопедия, [в 4 т.] / Ю.С. Карабасов, П.И. Черноусов, Н.А. Коротченко, О.В. Голубев. М.: Объединенная металлургическая компания, Издательский Дом МИСиС, 2011. 27 с. ISBN 978-5-87623-536-7.
5. Дерри Т., Уильямс Т. Краткая история технологий. Идеи, процессы и устройства, при помощи которых человек изменяет окружающую среду с древности до наших дней. М.: Эксмо, 2018. 831 с. ISBN 978-5-9524-6025-6.
6. Снопков С.В., Зарицкий О.П. Эксперимент по получению железа с помощью сыродутного горна // Известия лаборатории древних технологий. 2016. № 3(20). С. 22-35. DOI 10.21285/2415-8739-2016-3-22-35. EDN WMGRYD.
7. Барский Л.А. Так ископаемые становятся полезными. М.: Недра, 1988. 152 с.
8. Назимко Е.И. Краткая история развития обогащения полезных ископаемых // Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія: Гірничо-електромеханічна. Випуск 15(131), 2007.

URL: <http://ea.donntu.edu.ua/handle/123456789/6769> (дата обращения: 31.05.2025).

9. Чантурия В.А. Обогащение полезных ископаемых // Большая российская энциклопедия: научно-образовательный портал. 2023. URL: <https://bigenc.ru/c/obogashchenie-poleznykh-iskopaemykh-0320d0/?v=6940898> (дата обращения: 20.05.2025).

10. Султаналиева Р.М. Целенаправленное изменение механических свойств руд и минералов под воздействием физических полей: автореф. дис. на соиск. ученой степ. доктора ф.-м. наук: 01.02.04. - механика деформируемого твердого тела, Бишкек., 2016. 39 с.

11. Хопунов Э.А. Селективное разрушение минерального и техногенного сырья (в обогащении и металлургии). Екатеринбург: ООО «УИПЦ», 2013. 429 с.

12. Хопунов Э.А. Разработка способа магнитно-импульсной обработки для ослабления природных связей минералов в железных рудах // Уралмеханобр. № ГР80010715. Свердловск, 1979. 119 с.

13. Хопунов Э.А., Ворончихин С.Л. Физические основы разработки рациональной технологии измельчения железных руд с использованием магнитных полей // Дробильно-размольное оборудование и технологии дезинтеграции: Междувед. сб. научн. тр. «Механобр». Л., 1989. С. 102–109.

14. Хопунов Э.А., Ворончихин С.Л., Зайцев Г.В. Магнитомеханические технологии в процессах селективного разрушения руд и материалов // Перспективные направления по созданию технологии для минерального и техногенного сырья: Междувед. сб. научн. тр. «Механобр». Л., 1991. С. 90–98.

15. Опыт применения энергии микроволн в горном деле / Д.Л. Рахманкулов [и др.] // Башкирский химический журнал. 2008. Т. 15. № 2. С. 114–117.

16. Бунин И.Ж. Теоретические основы воздействия наносекундных электромагнитных импульсов на процессы дезинтеграции и вскрытия

тонкодисперсных минеральных комплексов и извлечение благородных металлов из руд: автореф. дис. на соиск. ученой степ. докт. техн. наук: 25.00.13 - обогащение полезных ископаемых, М., 2009. 39 с.

17. Тажибаев К.Т., Маканов К.М. Разупрочнение горных пород и руд микроволновым излучением // Вестник КРСУ. 2022. Т. 22. № 123. С. 197–201. DOI: 10.36979/1694-500X2022-22-12-197-201.

18. Киореску А.В. Биовыщелачивание никеля, меди и кобальта из предварительно обработанной СВЧ-излучением руды // Успехи современного естествознания. 2019. № 12-1. С. 51–56. DOI: 10.17513/use.37268.

19. Effect of microwave radiation on the pressing of a Cu–Ni sulfide ore / Marion Ch., et. al. // The Canadian Journal of Chemical Engineering. 2016. Vol. 94, № 1. P. 117–127. DOI: 10.1002/cjce.22359.

20. Hartlieb P., Grafe B. Experimental study on microwave-assisted hard rock cutting of granite // BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte. 2017. № 162(2). P. 77–81. DOI: 10.1007/s00501-016-0569-0.

21. Менжулин М.Г., Соколова Н.В. Перспективные направления развития СВЧ-технологии извлечения минерального сырья // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2002. № 9. С. 82–84. EDN MURLNV.

22. Method for direct metal making by microwave energy.: pat. 6277168 USA № 09/502518 / Huang X., Hwang J.-Y.; filed: 14.02.2000; pub. date: 21.08.2001. 11 p.

23. Способ термического разрушения горных пород электромагнитными волнами: авторское свидетельство: 581275 СССР. № 2352073/22-03 / Москалев А.Н., Явтушенко О.В., Коробской В.К., Лойк В.И.; заявл. 27.04.1976; опубл. 25.11.1977, Бюл. № 46. 2 с.

24. Способ термического разрушения горных пород электромагнитными волнами: авторское свидетельство: 724731 СССР. № 2531267/22-03 / Москалев А.Н., Явтушенко О.В., Лойк В.И., Коробской В.К., Образцов А.П., Блинов Л.М.; заявл. 17.10.1977; опубл. 30.03.1980, Бюл. № 12. 3 с.

25. Красновский С.С. Исследование взаимодействия электромагнитных полей ВЧ и СВЧ с горными породами для разработки способов и средств их разрушения: автореф. дис. на соиск. ученой степ. канд. техн. наук: 05.15.11 - физические процессы горного производства, М., 1999. 46 с.
26. О возможности создания технологии «взрывного» разрушения массива горных пород-диэлектриков направленным электромагнитным потоком концентрированной энергии СВЧ / Л.М. Блинов [и др.] // Журнал радиоэлектроники. 2019. № 2. С. 7–8.
27. Rockburst prevention by microwave destressing: a numerical investigation / Yang, C., et al. // Geomech. Geophys. Geo-energ. Geo-resour. № 10, 38 (2024). <https://doi.org/10.1007/s40948-024-00749-x>.
28. Зильбершмидт М.Г., Заворыкина Т.К. Исследование вариации структурной нарушенности при высокочастотной обработке // Вопросы физики и техники горных пород. М.: МГИ. 1988. С. 34–36.
29. Измельчение руд с применением электромагнитной энергии СВЧ / А.Н. Москалев [и др.] // Обогащение руд. 1986. № 6. С. 1–3.
30. Microwave treatment of ores.: pat. 7678172 USA № PCT/AUO3FOO681 / Batterham R.J., Esdaile L., Shaw R.W., Cross C.R.; PCT filed: 30.05.2003; pub. date: 11.12.2003. 6 p.
31. Reduction processing of metal-containing ores in the presence of microwave and RF energy: pat. 20090324440 USA. № PCT/GB07/00704 / Marsh J., Wroe R., Wroe A. J.; PCT filed: 01.03.2007; pub. date: 31.12.2009. 28 p.
32. Способ переработки окисленной никелевой руды: пат. 2803695 Рос. Федерация. № 2022128959 / Лобанов В.Г., Соколов Л.В., Польшгалов С.Э., Колмачихина О.Б., Макаровская О.Ю.; заявл. 08.11.2022; опубли. 19.09.2023, Бюл. № 26. 1 с.
33. Способ извлечения благородных металлов из упорных и бедных руд: пат. 2441079 Рос. Федерация. № 2010147703/02 / Низов В.А.; заявл. 22.11.2010; опубли. 27.01.2012, Бюл. № 3. 4 с.

34. Способ извлечения благородных металлов из фосфатной руды: пат. 2006130022. Рос. Федерация. № 2006130022/02 / Чернышев В.И., Голко Я.Я., Борщев М.М., Казаков С.И., Сычев А.И., Обысов А.В. Тертышный И.Г.; заявл. 22.08.2006; опубл. 27.02.2008, Бюл. № 6. 1 с.

35. Способ обогащения упорных и бедных руд и извлечения из них благородных металлов: пат. 2375475 Рос. Федерация. № 2008120058/02 / Сычев А.И., Обысов А.В., Дульнев А.В., Царев В.В., Тертышный И.Г.; заявл. 20.05.2008; опубл. 10.12.2009, Бюл. № 34. 7 с.

36. Способ переработки окисленной никель-кобальтовой руды: пат. 2756326 Рос. Федерация. № 2020109333 / Лобанов В.Г., Польшгалов С.Э., Колмачихина О.Б., Маковская О.Ю., Савеня М.В., Шадрин Е.А.; заявл. 03.03.2020; опубл. 03.09.2021, Бюл. № 25. 7 с.

37. Process for the recovery of molybdenum and rhenium from their sulfide ores.: pat. 4321089 USA № 158449 / Kruesi P.R., Veryl H., Frahm Jr.; filed: 11.06.1980; pub. date: 23.03.1982. 5 p.

38. Process for the recovery of copper from its ores.: pat. 4324582 USA № 158448 / Kruesi P.R., Veryl H., Frahm Jr.; filed: 11.06.1980; pub. date: 13.04.1982. 5 p.

39. Energy efficiency analysis of microwave treatment in rocks: from mine-to-mill operations / Ahmadihosseini A., et.al. // Applied Energy. Elsevier. 2025. Vol. 386(C) P.20. DOI:10.1016/j.apenergy.2025.125589.

40. Ковнеристый Ю.К., Лазарева И.Ю., Раваев А.А. Материалы, поглощающие СВЧ-излучения. М.: Наука, 1982. 165 с.

41. Mingos M.P., Baghurst D.R. Applications of Microwave Dielectric Heating Effects to Synthetic Problems in Chemistry // Chem. Soc. Rev. 1991. Vol. 20. P. 1–47.

42. Bykov Yu.V., Rybakov K.I., Semenov V.E. High-temperature microwave processing of materials // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. Vol. 34. P. R55–R75.

43. Stewart W. Mobile phones and health. Chilton: Independent Expert Group on Mobile Phones, 2000. 168 с.
44. Бабич А.В., Винников В.А. Экспериментальные исследования структурных изменений минеральных зерен пиритосодержащих руд в СВЧ-полях // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2019. № 6. С. 106–114. DOI 10.25018/0236-1493-2019-06-0-106-114. EDN LRFUJB.
45. Захарова Е.М. Атлас минералов россыпей. М.: ГЕОС, 2006. 276 с.
46. Юбельт Р., Шрайтер П. Определитель горных пород. М.: Мир, 1977. 240 с.
47. Соболев Р.Н. Методы оптического исследования минералов: справочник. М.: Недра, 1990. 288 с.
48. Вертушков Г.Н., Авдонин В.Н. Таблицы для определения минералов по физическим и химическим свойствам: справочник. М.: Недра, 1992. 489 с.
49. Стенд исследований по СВЧ нагреву и превращению веществ / А.В. Аржанников и др. Новосибирск: [б. и.], 2004. 18 с. (Науч.-исслед. учреждение Ин-т ядер. физики им. Г. И. Будкера СО РАН (ИЯФ)). EDN QKBCBJ.
50. Acher O., Dubourg S. Generalization of Snoek's law to ferromagnetic films and composites // Physical Review B. 2008. Vol. 77. № 10. P. 104440. DOI: 10.1103/PhysRevB.77.104440.
51. Химические аспекты развития технологии СВЧ. I. Возможности и перспективы использования микроволнового излучения / Э.А. Гюльмалиев и др. // История и педагогика естествознания. 2016. № 2. URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/himicheskie-aspekty-razvitiya-tehnologii-svch-i-vozmozhnosti-i-perspektivy-ispolzovaniya-mikrovolnovogo-izlucheniya> (дата обращения: 05.07.2025).
52. Спектр и потери поверхностных магнитостатических волн в одномерном магнетном кристалле / С.Л. Высоцкий и др. // Журнал технической физики. 2011. № 81. Вып. 2. С. 108–118.

53. Major phase transformations and magnetic property changes caused by electromagnetic fields at microwave frequencies / Roy R., et.al. // J. Mater. Res. 2002. Vol. 17. № 12. P. 3008–3011.
54. Туктарова Н.З., Данилов О.С. Извлечение благородных и цветных металлов из техногенного сырья Норильского промышленного района // Научный вестник Арктики. 2022. № 13. С. 113–118. DOI: 10.52978/25421220_2022_13_113-118.
55. Эффект микроволнового излучения в химических реакциях / Е.М. Петрова и др. // Вестник Казанского технологического университета. 2015. № 3. URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/effekt-mikrovolnovogo-izlucheniya-v-himicheskikh-reaktsiyah> (дата обращения: 05.07.2025).
56. Огородникова О.М., Мартыненко С.В., Грузман В.М. Прогнозирование кристаллизационных трещин в стальных отливках // Литейное производство. 2008. № 10. С. 29-37. EDN JUWEYP.
57. Максименко А.Г., Уваров А.П. Исследование комбинированного СВЧ-механического воздействия на горные породы // Всесоюзная VI научно-практическая конференция. Саратов. 1991. С. 71–73.
58. Петров В.М. Новые применения радиоэлектроники: разупрочнение горных пород мощным электромагнитным полем СВЧ // Информост. Радиоэлектроника и Телекоммуникации. 2002. № 22. С. 63–72.
59. Yatsenko S.N., Yatsenko M.A., Doroshev Y.S. Promising development of new methods for destruction of rocks // European Science. 2016. № 6(16). P. 13–17.
60. Vorster W. The effect of microwave radiation on mineral processing. Birmingham, 2001. 256 с.
61. Исследование возможности применения СВЧ-поля для процессов рудоподготовки при получении золота / А.Б. Хван и др. // Обогащение и металлургия. 2002. № 2 (9). С. 56–60.

62. СВЧ технологии промышленные. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://metall.alleasing.ru/svch-tekhnologii-promyshlennyye-svch-pererabotka-rudy-zoloto>, свободный. - (дата обращения: 25.06.2025).
63. Microwave processing of ore [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.canadianminingjournal.com/featured-article/microwave-processing-of-ore/>, свободный. - (дата обращения: 25.06.2025).
64. Ласкорин Б.Н., Барский Л.А., Персии В.З. Безотходная технология минерального сырья. Системный анализ. М.: Недра, 1984. 320 с.
65. Подготовка минерального сырья к обогащению и переработке / В. И. Ревнивцев, Е. И. Азбель, Е. Г. Баранов [и др.]. Москва, Недра, 1987. 305 с.
66. Чантурия В.А., Чаплыгин Н.Н., Вигдергауз В.Е. Ресурсосберегающие технологии переработки минерального сырья и охраны окружающей среды // Горный журнал. 2007. № 2. С. 91–96.
67. Голиков Д.О. Микроволновые методы и реализующие их системы контроля теплофизических характеристик строительных материалов и изделий : автореф. дис. на соиск. ученой степ. канд. техн. наук: 05.11.13 - приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий, Тамбов, 2013. 16 с.
68. Прошкин С.С. К вопросу о точности измерения температуры с помощью тепловизора // Вестник МАХ. 2014. № 1. С. 51-54.
69. Лепеш А.Г., Спроге Г.А. Сравнительный анализ методов технического диагностирования при оценке технического состояния объекта // ТТПС. 2016. № 2 (36). С. 22-40.
70. Диденко А.Н., Зверев Б.В. СВЧ энергетика: монография. М.: Наука, 2000. 263 с.
71. Кондрашов В.А., Москалев А.Н. Исследование прочности крепких горных пород при облёчении их энергией СВЧ // Сборник «Физика горных пород и процессов». М., 1971. С. 179.
72. Измельчение руд с применением электромагнитной энергии СВЧ / Е.Б. Абкин и др. // Обогащение руд (Ленинград). 1986. № 6. С. 2.

73. Чельшкина В.В., Коробской В.К. Влияние обработки руды в электромагнитном поле на результаты её измельчения // Известия вузов. Горный журнал. 1988. № 3. С. 115.

74. Белавина О.А. Совершенствование операций подготовки проб золотосодержащих руд к пробирному анализу: автореф. дис. на соиск. ученой степ. канд. хим. наук: 02.00.02 - аналитическая химия, М., 2010. 39 с.

75. Кадырбай А.К. Обоснование предварительного СВЧ-воздействия для дезинтеграции тонковкрапленных золотоносных руд // ГИАБ. 2021. № 4-1. С. 118-128. DOI: 10.25018/0236_1493_2021_41_0_118.

76. Мохов А.В. Методы количественного анализа элементного состава в просвечивающей электронной микроскопии // Минералы: строение, свойства, методы исследования. 2010. № 2. С. 50–53. EDN YMPDXB.

77. Будаев А.В. Обзор видов взаимодействий электронного пучка с образцом в просвечивающей электронной микроскопии // Образовательные, научные и инновационные процессы в нанотехнологиях: сборник докладов участников VII Всероссийской конференции. Курск. 2017. С. 6–12. EDN YMUDPV.

78. Филатов А.Ю. Современные возможности применения просвечивающей электронной микроскопии в исследовании материалов // XV международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых. Сборник научных трудов. Екатеринбург. 2014. С. 350–352.

79. Лидер В.В. Методы рентгеновской дифрактометрии (Обзор) // Физика твердого тела. 2021. Т. 63, № 2. С. 165–190. DOI: 10.21883/FTT.2021.02.50461.212.

80. Методы двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и топографии в анализе реальной структуры кристаллов / Д.А. Романов и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2020. № 11. С. 3–11. DOI: 10.31857/S1028096020110138.

81. Вариации спектров сигналов ультразвукового зондирования при лабораторных испытаниях образцов горных пород / Н.М. Шихова и др. // Физика земли. №4. 2022. С. 176-180. DOI: 10.31857/S000233372204010X.

82. Кочергин Д.А., Линдт Е.В. Преимущества и недостатки ультразвукового контроля // Актуальные проблемы авиации и космонавтики. 2016. № 12. С. 430-432.

83. Ратников Е.В. Разработка физической модели нагрева и разупрочнения матричных гетерогенных сред под действием СВЧ-излучения: дис. ... канд. ф.-м. наук: 01.02.04 - Механика деформируемого твёрдого тела. М., 1992. 158 с.

84. Математическое моделирование структур и процессов взаимодействия электромагнитного излучения с core-shell нанообъектами / С.П. Романчук и др. // Вестник СГТУ. 2011. № 2 (60). С. 98-102.

85. Симаков В.А. Рентгенофлуоресцентный анализ руд и продуктов их переработки : при разведке месторождений: автореф. дис. на соиск. ученой степ. доктора техн. наук : 02.00.02 - аналитическая химия, М., 2000. 38 с.

86. Определение минерального состава пород методом ИК-спектроскопии / Р.А. Скочилов и др. // Вестник Казанского технологического университета. 2011. № 10. С. 135-141.

87. Определение рудных содержаний редкоземельных элементов в геологических образцах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым двухструйным плазмотроном / А.С. Шавекин и др. // Журнал СФУ. Химия. 2021. № 14(1). С. 59-71.

88. Яковлев Н.И. Методы и средства бесконтактных электромагнитных измерений и диагностирования: автореф. дис. на соиск. ученой степ. доктора техн. наук: 05.11.05 - приборы и методы измерения электрических и магнитных величин, СПб., 2000. 61 с.

89. Возможность твердофазного спекания флотационных отходов золотодобычи в СВЧ-поле / Е.И. Бахонина и др. // Фундаментальные исследования. 2014. № 9-12. С. 2609-2615. EDN TEMYWN

90. Урусова Е.В. Исследование влияния СВЧ излучения на извлечение металлов из минерального сырья: автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук: 01.04.01 - приборы и методы экспериментальной физики, Ташкент, 2003. 24 с.
91. Мамарузиев Т.О., Сигаева В.В. Фазовые переходы // Вестник науки. 2020. №5 (26). С. 239-242.
92. Винников В.А., Землянский Г.С. Исследование эффективности воздействия СВЧ-полей на пиритосодержащие руды // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2024. № 4. С. 22–32. DOI: 10.25018/0236_1493_2024_4_0_22.
93. Application of ImageJ in the rock thin section image analysis: the separation and quantitative calculation of crystal-glass two phases / Li. Fuchun, et al. // SDRP Journal of Earth Sciences & Environmental Studies. №4. 2019. Pp. 609-616. DOI: 10.25177/JESES.4.3.RA.502.
94. Гаврилова Н.Н. Микроскопические методы определения размеров частиц дисперсных материалов: учебное пособие / Н. Н. Гаврилова, В. В. Назаров, О. В. Яровая. М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2012. 52 с.
95. Магунов А.Н. Лазерная термометрия твердых тел. М.: Физматлит, 2001. 224 с.
96. Применение электромагнитного излучения СВЧ диапазона в химической технологии / И. Х. Бикбулатов и др. // Бутлеровские сообщения. 2009. Т. 18, № 8. С. 1-28. EDN NCZXHJ.
97. Таблица коэффициентов излучения материалов [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://pyrosensor.ru/technical-advice/tablica-koefficientov-izlucheniya-materialov.html>, свободный. - (дата обращения: 11.07.2023).
98. Михалкина О.Г. Применение метода рентгеновской дифракции для исследования зерна и техногенных продуктов // Вести газовой науки. 2016. № 4 (28). С. 96-107.

99. Vorokh A.S. Scherrer formula: estimation of error in determining small nanoparticle size // *Nanosystems: physics, chemistry, mathematics*. 2018. № 9(3). P. 364-369.
100. Современные проблемы металлургии и материаловедения: электрон. метод. указания к лаб. работам [Электронный ресурс]: сост. Е.А. Носова. Самара. 2012. 1 эл. опт. диск (CD-ROM).
101. Горбунов В.А. Рентгеновские и нейтронные методы исследования наноматериалов: учебно-методический комплекс / В.А. Горбунов, Н.В. Селезнева, А.Ф. Губкин. Екатеринбург: Изд-во УрГУ, 2007. 104 с.
102. Цыбуля, С.В. Введение в структурный анализ нанокристаллов: учебное пособие / С.В. Цыбуля, С.В. Черепанова. Новосибирск: НГУ, 2008. 92 с.
103. Якимов И. С. Разработка методов и математического обеспечения рентгенодифракционного структурно-фазового анализа: автореф. дис. на соиск. ученой степ. доктора ф.-м. наук : 02.00.04 - Физическая химия, М., 2020. 45 с.
104. Землянский Г.С. Определение оптимальной длительности микроволнового воздействия при обогащении металлосодержащих руд // *Техника и технология современных производств: Сборник статей VI Всероссийской научно-практической конференции*, Пенза, 06–07 мая 2025 года. Пенза: Пензенский государственный аграрный университет, 2025. С. 147-151. EDN YASXXH.
105. Messick J. The history of the International Centre for Diffraction Data // *Powder Diffraction*. 2012. Т. 27. № 1. С. 36–44. DOI: 10.1017/S0885715612000085.
106. Зильбершмидт М.Г., Заворыкина Т.К. Методы анализа структурного состояния горных пород. М.: Недра, 1989. 88 с.
107. Сиротина И.Ю., Шаскольская М.П. Основы кристаллофизики. М.: Недра, 1979. 640 с.

108. Иверова В.И., Осипенко Н.Н. Определение величины блоков и микроискажений решётки по дебаевским линиям с различными линиями // Физические методы исследования. Том XXXI. № 11. 1965. С. 1349–1352.
109. Новик Г.Я., Зальбершмидт М.Г. Управление свойствами пород в процессах горного производства. М.: Недра, 1994. 224 с.
110. Землянский Г.С. Исследование формирования нарушений сплошности металлсодержащих руд при электромагнитном облучении полями сверхвысокочастотного диапазона // Проблемы разработки месторождений углеводородных и рудных полезных ископаемых. 2024. Т.1. С. 162-165. EDN AGIUTF.
111. Винников В.А., Землянский Г.С. Исследование изменения величины плотности дислокаций в зернах пирита при его нагреве сверхвысокочастотным излучением // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2025. № 12-2. С. 42–51. DOI: 10.25018/0236_1493_2025_12_0_42.
112. Хорбенко И.Г. Звук, ультразвук, инфразвук. 2-е изд., перераб. и доп. М.: «Знание», 1986. – 256 с.
113. Волченко В. Н. Контроль качества сварки: учеб. пособие для вузов / Волченко В. Н., Гурвич А. К., Майоров А. Н., Кашуба Л.А., Макаров Э.Л., Хусанов М.Х. М.: Машиностроение, 1975. 328 с.
114. Структуроскоп контактный лазерно-ультразвуковой "Кинетик УДЛ-2М" [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://keenetica.ru/udl-2m>, свободный. - (дата обращения: 20.01.2025).
115. Модель акустического тракта разделенно-совмещенного оптико-акустического преобразователя / Федоров А.В. и др. // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2022. № 2. С. 339-346.
116. Ультразвуковой контроль сварных соединений [Электронный ресурс]. – Режим доступа: URL: <https://svarkalegko.com/tehonology/ultrazvukovoi-kontrol.html>, свободный. - (дата обращения: 17.08.2025).

117. Андреев А.Д. Физика. Волны: учебное пособие / А.Д. Андреев, С.Н. Колгатин, Л.М. Черных. СПб.: СПбГУТ им. М.А. Бонч-Бруевича, 2015. 40 с.
118. Большая советская энциклопедия: волны [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://gufo.me/dict/bse/Волны>, свободный. - (дата обращения: 17.08.2025).
119. Захаров В.Н., Аверин А.П. Механизмы затухания волновых процессов при ультразвуковых наблюдениях // ГИАБ. 2005. № 7. С. 95-100.
120. Основы ультразвукового контроля. Конспект лекций [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://www.stu.ru/particular/get_teamwox_file.php?id=27654&ext=.pdf, свободный. - (дата обращения: 17.08.2025).
121. Манштейн А.К. Малоглубинная геофизика. Пособие по спецкурсу / А.К. Манштейн. Новосибирск: Сибирское отделение РАН, 2002. С. 135.
122. Христофоров А.В. Дифракция света на ультразвуковых волнах: учебно-методическое пособие / А.В. Христофоров. Казань: КГУ, 1999. 34 с.
123. Бутолин С.В. Классификация методов ультразвукового контроля // Молодой ученый. 2019. № 50 (288). С. 85–87.
124. Методы ультразвуковой дефектоскопии и их применение [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://studfile.net/preview/993406/page:4/>, свободный. - (дата обращения: 17.08.2025).
125. Васильев Ю. Многофункциональный оптоэлектронный процессор // Компоненты и Технологии. 2008. № 87(10). С. 116-117.
126. Гузь А.Н., Махорт Ф.Г., Гуца О.И. Введение в акустоупругость. Киев: Наукова думка, 1977. 152 с.
127. Prasad M. Mapping impedance microstructures in rocks with acoustic microscopy. Stanford: Stanford University, 2001. pp. 172–179.
128. Вишнякова К.М., Ермаков Д.П. Экспериментальное исследование внутренней структуры образцов базальта методом лазерно-ультразвуковой

диагностики // Современные научные исследования: теория, методология, практика. Сборник научных статей по материалам V Международной научно-практической конференции, Уфа, 22 июня 2021 г. Уфа: ООО "Научно-издательский центр "Вестник науки", 2021. С. 24–30.

129. Соколов Д.А. Анализ методов контроля материалов в ультразвуковой дефектоскопии // Инновации. Наука. Образование. 2021. № 46. С. 1002–1007.

130. Контактный лазерно-ультразвуковой структурскоп [Электронный ресурс]. - Режим доступа: https://elink-group.ru/store/10058673/lazernye_strukturoskopy/kontaktnyj-lazerno-ultrazvukovoj-strukturskop/?utm_medium=organic&utm_source=yandexsmartcamera, свободный. - (дата обращения: 17.08.2025).

131. Бояркин Е.В. Физические основы методов контроля качества: учебно-методическое пособие / Е.В. Бояркин, С.А. Бехер, К.В. Канифадин, В.В. Чернова. Новосибирск: СГУПС, 2022. 52 с.

132. Бояркин, Е. В. Физические основы методов контроля качества: учебно-методическое пособие / Бояркин Е.В., Бехер С.А., Канифадин К.В. Чернова В.В. Новосибирск: СГУПС, 2022. 52 с.

133. Шибает И.А., Винников В.А., Степанов Г.Д. Определение упругих свойств осадочных горных пород на примере образцов известняка с помощью лазерной ультразвуковой диагностики // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2020. № 7. С. 125–134. DOI: 10.25018/0236-1493-2020-7-0-125-134.

134. Иванов П.Н. Разработка метода генерации широкополосных лазерно-ультразвуковых импульсов сдвиговых волн для исследования акустических и упругих свойств образцов горных пород: дис. ... канд. техн. наук: 2.8.3. - горнопромышленная и нефтегазопромысловая геология, геофизика, маркшейдерское дело и геометрия недр, М., 2023. 45 с.

135. Zhang H., Zhang F., Lu Y. Frequency-dependent energy attenuation and velocity dispersion in periodic layered media // *Acta Geophysica*. 2019. Vol. 67. P. 799–811. DOI: 10.1007/s11600-019-00294-2.

136. Описание типа средства измерений: дефектоскопы лазерно-ультразвуковые УДЛ-2М [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.ktopoverit.ru/prof/opisanie/89982-23.pdf>, свободный. - (дата обращения: 20.01.2025).

137. Землянский Г.С. Исследование изменения динамического модуля упругости пирита при СВЧ-воздействии по результатам лазерно-ультразвуковых испытаний // *Горный информационно-аналитический бюллетень*. 2025. № 5 (специальный выпуск 8).

138. Болдырев Г.Г., Мельников А.В., Новичков Г.А. Часть 4. Интерпретация результатов лабораторных испытаний с целью определения деформационных характеристик грунтов // *Инженерные изыскания*. 2014. № 5–6. С. 98–105.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Справка об использовании результатов диссертационной работы



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ
КОМПЛЕКСНОГО ОСВОЕНИЯ НЕДР
ИМ. АКАДЕМИКА Н.В. МЕЛЬНИКОВА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
(ИПКОН РАН)

Крюковский тупик, д. 4, Москва, 111020
Тел.: +7 (495) 360-89-60; Эл. почта: ipkon-dir@ipkonran.ru
www.ipkonran.pf; www.ipkonran.ru
ОГРН 1037700121150; ИНН 7722013467; КПП 772201001

29.11.2025 № 117-ОД/409

На №

[...]

СПРАВКА

об использовании результатов диссертационной работы

Землянского Григория Сергеевича «Обоснование оптимальных режимов обработки пиритосодержащих руд полями сверхвысокочастотного диапазона для повышения эффективности процессов рудоподготовки», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.8.6 «Геомеханика, разрушение горных пород, рудничная аэрогазодинамика и горная теплофизика»

Настоящей справкой подтверждаем, что результаты диссертационной работы Землянского Григория Сергеевича «Обоснование оптимальных режимов обработки пиритосодержащих руд полями сверхвысокочастотного диапазона для повышения эффективности процессов рудоподготовки», выполненной в НИТУ МИСИС, в части определения оптимального времени СВЧ воздействия по проявлению кратковременной стабилизации температуры минеральных зерен, приняты к использованию при проведении лабораторных исследований в «Центре проблем метана и газодинамических явлений угольных и рудных месторождений» ИПКОН РАН.

Зам. директора по научной работе
ИПКОН РАН, к.т.н.



Е.В. Федоров