

文章编号:1001-4888(2005)04-0628-07

细观尺度下岩石热变形破坏的实验研究*

谢卫红¹, 高 峰², 谢和平³

(1. 徐州空军学院 机场工程系, 江苏 221000; 2. 中国矿业大学 理学院, 江苏 221008; 3. 四川大学, 四川 610041)

摘要: 利用带扫描电镜的高温疲劳试验机等目前最先进的实验手段, 实时观测了在温度和载荷同时作用下岩石在单向压缩和拉伸中微细观结构的变化、缺陷演化方式和变形破坏过程, 针对岩石的热膨胀是不可逆的, 即它会受加温历史的影响, 加热时和冷却后岩石结构有差异的特点, 对岩石在温度载荷作用下的细观结构特征和细观破坏机理进行了较为系统的实验研究。得到了在不同载荷和温度作用下岩石中微裂纹萌生、扩展、断裂破坏等各个阶段清晰的 SEM 图像和数据。结合实时观测得到的数据和高清晰度图片, 分析研究了岩石热细观损伤特性, 探讨了载荷和温度的变化对岩石细观结构的影响。

关键词: 高温; 岩石; SEM 实时实验; 细观损伤特性

中图分类号: O348 **文献标识码:** A

1 引言

众所周知, 温度是影响岩石力学性能的主要因素之一, 国际岩石力学界近年来已把温度作为影响岩石力学性质的一个重要因素加以考虑^[1]。温度对岩石力学性质的影响与岩石矿物性质和内部结构有关, 温度变化会影响岩石矿物成分和岩石的晶格, 因此, 岩石在温度和载荷作用下其损伤细观破坏机理和常温下有较大的区别^[2,3]。Houper 等^[4,5]考察过花岗岩受不同温度热处理后的某些力学性质; 寇绍全^[6]研究了 20℃~600℃ 不同温度热处理对 stripa 花岗岩变形及破坏特性的影响, 结果表明: stripa 花岗岩的力学性质特征量随热处理温度升高有非同寻常变化, 产生这些变化的机理尚不清楚, 需要从内部细观结构损伤来解释。但在以往的研究中由于受仪器设备和加工技术的影响, 大部分只是对岩石材料进行加温前和加温后的性能研究, 很难实施实时加热、加载的观察分析, 事实上, 岩石的热膨胀是不可逆的, 它会受加温历史的影响, 加热时的特性和冷却后的特性差异较大, 因而容易出现实验研究结果与工程实践偏差较多。本文首次利用带扫描电镜的电液伺服加载系统在扫描电镜腔内实时观测了石灰岩在温度和载荷作用下单向压缩和单向拉伸时的热变形破坏全过程, 目的在于揭示细观尺度下岩石热变形破坏机理, 提炼出即反映岩石细观结构特征, 又易于与岩石宏观力学量建立联系的细观力学特征量。

2 岛津 SEM 高温疲劳实验机系统

本次热细观实验用的设备是带扫描电镜的岛津 SEM 高温疲劳实验机系统如图 1 所示。该套系统将高精度的扫描电镜与全数字电液伺服加载和高精确度升温系统结合起来, 用于观测在温度作用下静态和动态加载时固体材料微细观结构的变化和缺陷演化方式, 可以实现外部应力状态与内部微细观结

* 收稿日期: 2004-10-29; 修订日期: 2005-09-09

基金项目: 本项目由国家重点基础研究发展计划 973 项目(2002CB412705)和创新群体项目(50221402)资助

通讯作者: 谢卫红(1962—), 女, 博士, 教授, 研究方向: 主要从事防护工程、岩石与混凝土的损伤与断裂研究。E-mail: xie621022@126.com

构变化一一对应。本文利用该套系统实时观测了石灰岩在温度作用下时的热损伤变形破坏过程,如图2示为SEM高温疲劳系统对试件实施单向压缩和单向拉伸加载的夹具图。



图1 岛津 SEM 高温疲劳实验机系统

Fig. 1 Shimadzu high temperature fatigue testing system with scanning electron microscope



图2 SEM 高温疲劳系统温度作用下夹具图

Fig. 2 The fixture under high temperature fatigue testing system with scanning electron microscope

3 岩石细观热损伤破坏 SEM 实时实验

由于本实验是实时观测微结构变化,实验设备先进,对试样尺寸有严格要求和限制,常温时压缩实验试样尺寸长为25mm,宽为10mm,厚为5mm的中间部分的一侧开一小缺口的长方形板,常温拉伸实验的试样与高温时形状一样,厚度均是1mm,只是相对应的长宽尺寸比高温时大一些,如图3所示。该实验试样尺寸和材料的特殊性,使得试件加工非常困难,要求所选岩石强度适中(花岗岩太硬、砂岩太软不易加工)、粒度小,少杂质,故选择用石灰岩。该石灰岩产于河南济源市(属古三代矿物)为泥质灰岩,主要含量为 $(\text{Ca}, \text{Mg})\text{CO}_3$ 。该材料粒度很细,结构致密。用HV-1000显微硬度计测定加工试件的硬度,测得该石灰岩材料的显微(HV氏)维氏硬度约为:420(该硬度相当于中碳钢)。将该材料做成标准试件做劈裂和单压实验测试其单轴抗拉强度20.86MPa、单轴抗压强度105MPa、压缩弹性模量52GPa,拉伸弹性模量19.8GPa,泊松比 $\nu=0.276$,比重为2.737,密度为 2.586 g/cm^3 。

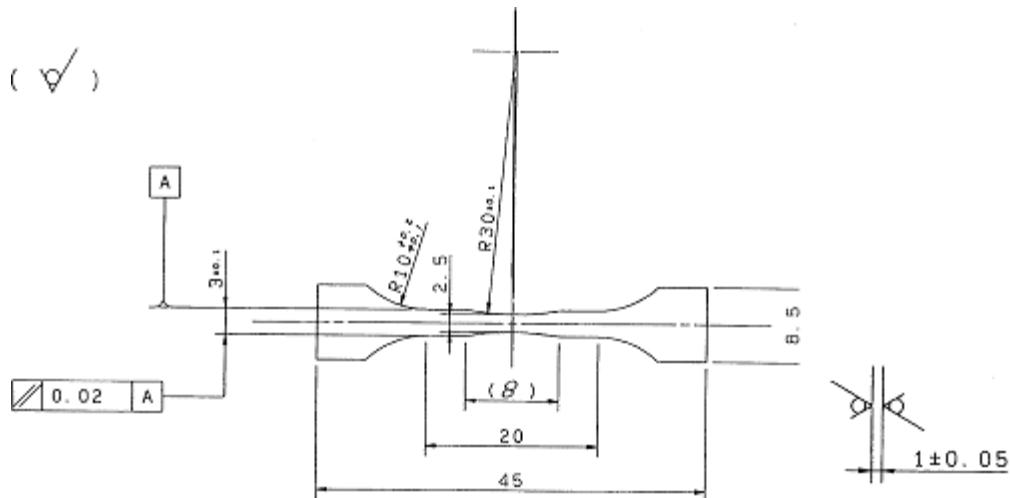


图3 高温拉伸实验试样尺寸

Fig. 3 Sample size under high temperature tensile experiment

实验时首先将准备好的石灰岩试件放入拉伸或压缩加载夹具中并进行物理和几何对中;然后将试件样品台推入扫描电镜腔开始抽真空;根据实验具体方案加载和升温,扫描电镜开始观测和扫描。为了获得石灰岩破坏全过程的载荷—变形曲线,考虑到石灰岩失稳断裂时所表现出的脆性破坏特性,采取应力(控制)加载方式,加载速率为0.5N/s。对于本实验,所有的试件均以5℃/min的速率升温。温度精度: $\pm 1^\circ\text{C}$;用位移传感器测位移,力传感器测力,示值精度为5‰。

本次实验分别采用二次电子成像和背散射电子成像对试件热损伤破坏过程进行了实时在线观察。为了易于观察裂纹的起萌、损伤、扩展路径与方向,先在加工好的试件长度方向的中点处预制裂纹。对于拉伸试件,用弄成锯齿状刮胡刀片加工缺口(裂纹)。常温下试件双边缺口(裂纹)尺寸为:深度(长度) $a \leq 300\mu\text{m}$,宽度(圆弧度) $b \approx 50 \sim 100\mu\text{m}$;高温下试件双边缺口(裂纹)尺寸为:深度(长度) $a \leq 100 \sim 200\mu\text{m}$,宽度(圆弧度) $b \leq 80 \sim 100\mu\text{m}$ 。对于压缩试件用细钢丝加工对称缺口(裂纹),双边缺口(裂纹)尺寸为:深度(长度) $a \approx 100 \sim 200\mu\text{m}$,宽度(圆弧度) $b \approx 50 \sim 100\mu\text{m}$ 。对上述加工好的试件镀金、烘干,待做实验。分别做常温条件下和温度条件下单压、单拉细观实验,每一个实验都做了(2~3)个试件。将加热后冷却的岩石试样和未加热的试样进行XRD衍射分析,所用仪器为日本理学(Rigaku)公司的D/Max-3B型X射线衍射仪。由于受篇幅影响,这里仅列出部分与本文相关的图片和实验结果。

4 实验结果和分析

4.1 石灰岩单向压缩加载条件下微观实验

以规定的升温速率分别从室温升到100℃、200℃、300℃、400℃、500℃,恒温半小时,然后再压缩加载,从实验和图片我们可看出:

- (1) 在应力 σ 从0升至5.71MPa乃至14.6MPa阶段,扫描图像未见明显热裂纹,这一阶段仅存在初始的微裂纹并不扩展,这是石灰岩试件热损伤弱化阶段;
- (2) 在应力 σ 从14.6MPa升至25.85MPa这一阶段,应变增加很快,扫描图片均未有明显热裂纹的出现,但原有裂纹更加突出明显,可认为试件处于热裂纹萌生的前兆阶段;
- (3) 当应力增加到 $\sigma=35.99\text{ MPa}$ 时,试件裂纹缺口处出现热裂纹,如图4,A为初始起裂位置;
- (4) 当应力 σ 从35.99MPa增加到44.69MPa再升到62.20MPa时,已出现的裂纹完全贯通并且继续伸长变宽,同时出现与水平方向成小角度的分叉裂纹,这一阶段可认为是损伤开始演化并缓慢增长的阶段,如图5、6所示,B为裂纹扩展位置;
- (5) 当应力 σ 从62.20MPa升到72.57MPa时,热损伤急剧增大,裂纹扩展速度加快,热裂纹的长度和宽度都急剧增加,如图7所示。在加载到 $\sigma=85.74\text{ MPa}$ 时,试件发生热损伤破坏,宏观裂纹形成,试

件达到破坏强度而断裂破坏。由于岩石断裂速度很快,试件崩溃,未能在破坏时刻扫描到图片。

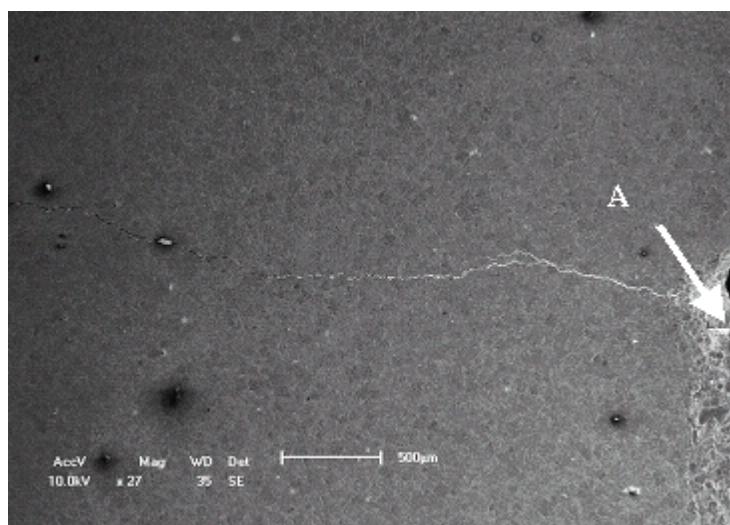


图4(a) 放大 27 倍(Magnify 27 times)

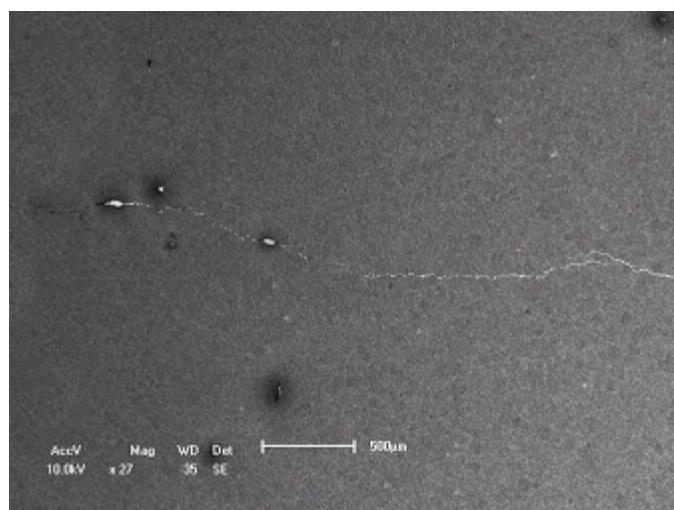


图4(b) 放大 27 倍 (Magnify 27 times)

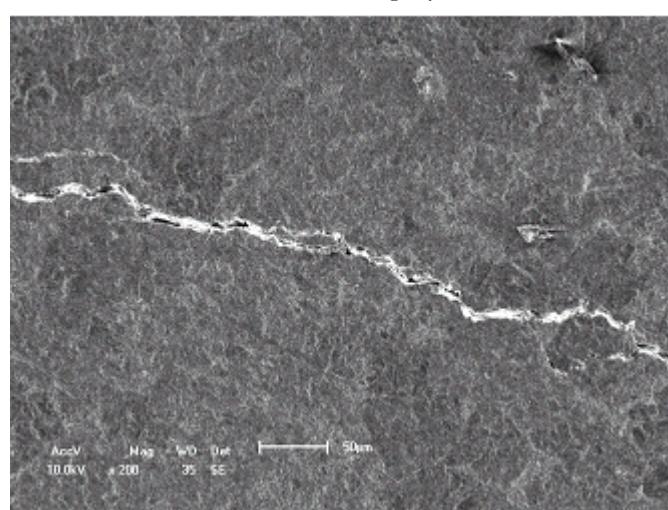
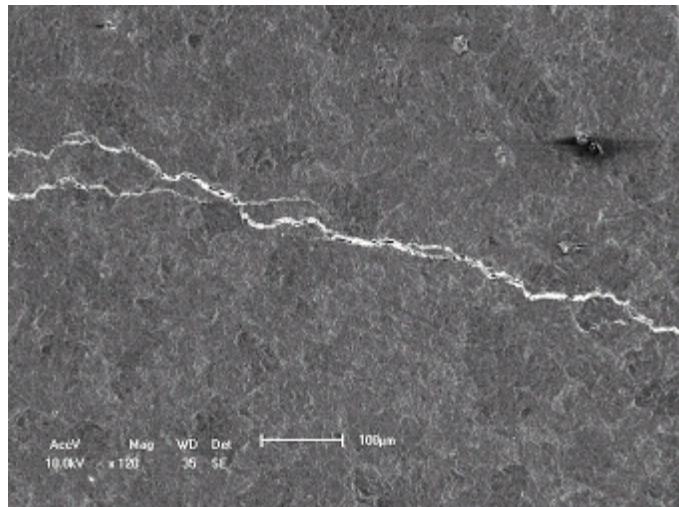


图4(c) 放大 200 倍(Magnify 200 times)



(d) 放大 120 倍(Magnify 120 times)

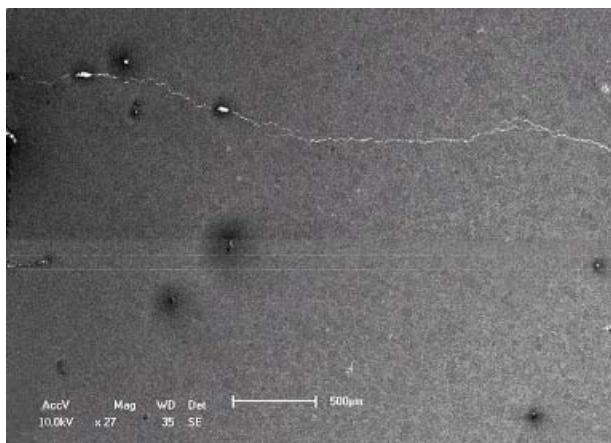
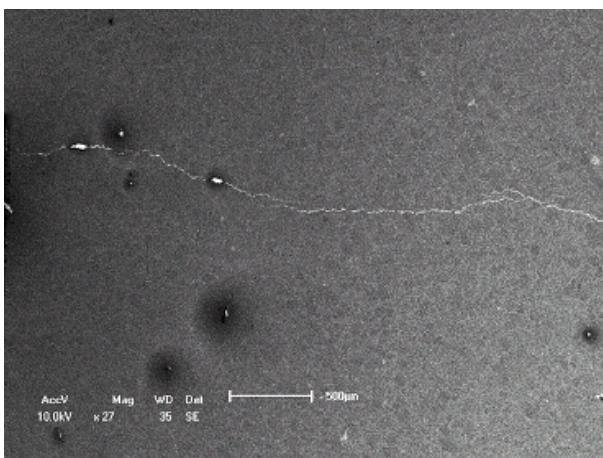
图 4 恒温 100℃时从预制裂纹处萌生裂纹扫描图($\sigma=35.99\text{ MPa}$)Fig. 4 SEM pictures of prefabricated flaw's crack creating under temperature was 100°C ($\sigma=35.99\text{ MPa}$)图 5 恒温 100℃时预制裂纹处产生的裂纹随应力变化扫描图($\sigma=44.69\text{ MPa}$)Fig. 5 SEM picture of prefabricated flaw creating crack grow with stress under temperature was 100°C ($\sigma=44.69\text{ MPa}$)

图 6 恒温 100℃时预制裂纹处产生

裂纹随应力变化扫描图($\sigma=62.20\text{ MPa}$)

Fig. 6 SEM picture of prefabricated flaw creating crack grow with stress under temperature was 100°C

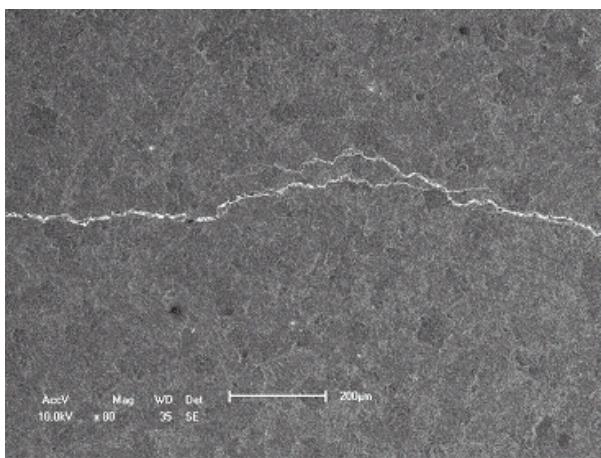


图 7 恒温 100℃时预制裂纹处产生裂纹

随应力变化扫描图($\sigma=72.57\text{ MPa}$)

Fig. 7 SEM picture of prefabricated flaw creating crack grow with stress under temperature was 100°C

4.2 石灰岩单向拉伸加载条件下微细观实验

图8为拉伸试件在温度 $T=400^{\circ}\text{C}$ 时刚加载和破坏前预制裂纹处扫描图,可以看出,随着载荷的增加,岩石细观结构没有太大的区别,当拉伸应力达到最大承载应力后,其承载能力迅速下降,裂纹迅速扩展,试件是突然破坏的。

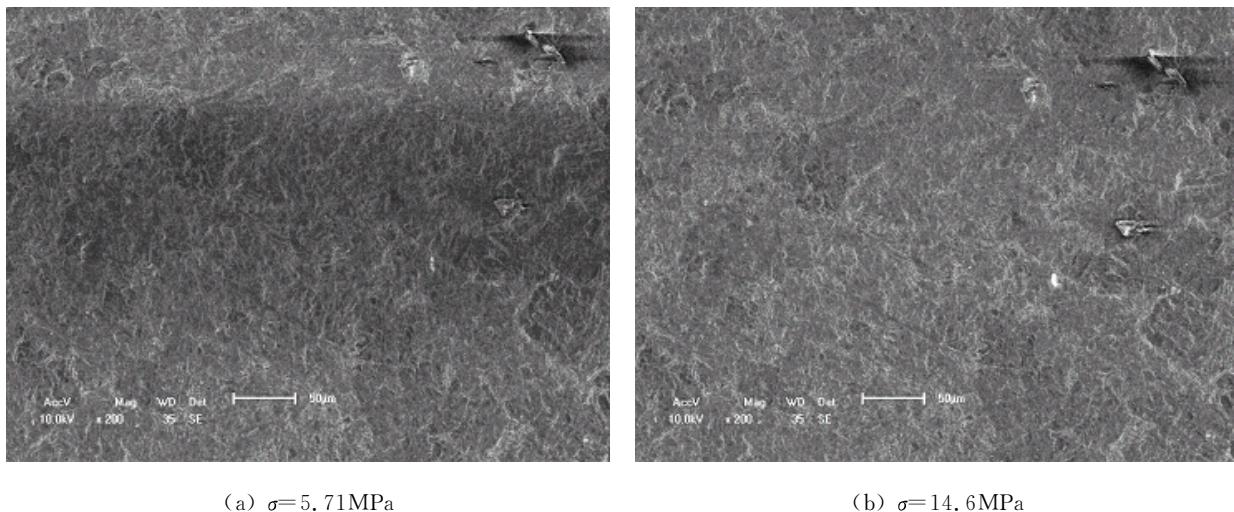


图8 石灰岩试件在温度 $T=100^{\circ}\text{C}$ 时的热损伤演化

Fig. 8 Limestone sample thermal damage evolution under temperature was 100°C

5 小结与讨论

本文首次利用带扫描电镜的高温疲劳试验机等目前最先进的实验手段,实时观测了石灰岩的细观结构随温度变化规律。实验中发现石灰岩的断裂破坏是一个非常快速的脆性失稳过程,扫描电镜抓拍频率不够,很难获取完整的裂纹扩展过程图像。为解决此问题必须做大量的实验,以期获得和抓拍到更多的数据和图片。分析上述实验结果,我们不难发现:(1)在温度 $T \leq 500^{\circ}\text{C}$ 范围内,经XRD衍射分析,石灰岩的矿物组成几乎不受温度的影响。升温对试样的微结构损伤影响不大,该材料的微裂纹演化对温度不敏感。

(2)温度作用下,压缩时,裂纹扩展方向与力方向成小角度或近乎平行,为劈裂破坏;在拉伸时,裂纹扩展方向与力的方向近乎垂直,突然破坏,破坏断口平直,这与常温下的破坏形式是一致的。

(3)试样在升温过程中随着温度的增加,抗压、抗拉强度总的趋势是非线性减小,但试件的破坏拉伸强度的下降比破坏压缩强度的下降显著。原因是热裂纹由晶间裂纹生成,若试件为拉伸加载,加载开始没有裂纹的闭合阶段,岩石矿物组成中的某矿物不再相互依靠其邻近矿物,各矿物晶体可能的运动,使得矿物晶粒间的间隙加大和主裂纹耦合使裂纹更易扩展,试件更易破坏。在压缩实验中,在加载的开始,由于实验的第一阶段被称为裂纹闭合阶段,出现了矿物结构重排,使得各矿物晶粒的运动受到限制,裂纹更不容易扩展,因而压缩试件比拉伸试件更不易破坏。

参考文献:

- [1] Berthomieu G, Jouanna P. Stability of Rock Faces Subjected to Temperature Changes-Application to Hot Dry Granite[J]. Int. J. Rock Mech. & Min. Sci., 1984, 21(5):277~287
- [2] Hueze F E. High-temperature Mechanical, Physical and Thermal Properties of Granitic Rocks-A Review[J]. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr., 1983, 20(1):3~10
- [3] Homand-Etienne F, Houpert R. Thermally Induced Microcracking in Granites: Characterization and Analysis[J]. Int. J. Rock Mech. & Min. Sci., 1989, 26(2):125~134
- [4] Houpert R. Proc. 4th Int. Congr. Rock Mech., Montreux[C]. 1979, 3(1):104~114
- [5] WAI R S C, LO K Y, ROWE R K. Thermal Stress Analysis in Rocks with Nonlinear Properties[J]. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr., 1982, 19(5):211~220

- [6] 寇绍全. 热开裂损伤对花岗岩变形及破坏特性的影响[J]. 力学学报, 1987, 19(6): 550~555 (Kou Shao-quan. Effect of thermal cracking damage on the deformation and failure of granite. Acta Mechanica Sinica, 1987, 19(6): 550~555(in Chinese))

An Experimental Study on Rock Thermal Damage Fracture under Meso-size

XIE Wei-hong¹, GAO Feng², XIE He-ping³

(1. Department of Airport engineering, Xuzhou Airforce Institute, Jiangsu 221000, China; 2. Department of science, China University of Mining and Technology Jiangsu 221008, China; 3. Sichuan University, Sichuan 610041, China)

Abstract: The meso-structure deformation of rock, flaw evolution mode and deformation process under uniaxial compression and extension due to temperature and load were investigated in real-time. The advanced experiment instruments such as High Temperature Fatigue Testing System with Scanning Electron Microscope were used. Aim at the characteristic of the reversible process of rock's heat inflate which influenced by the history of temperature and having different structure between on heating and after cooling. The meso-structure and the meso thermal fracture mechanism of rock have been researched system' experiment. Each stage's clear SEM pictures and experiment data which rock's microcrack evolve, extend and crack fracture have been achieved under differ load and temperature. Based on the testing results, combination experiment data and high clear pictures, rock' s thermal meso damage feature were analyzed. The effects of temperature on rock meso-structure were probed.

Key words: Temperature; rock; SEM real-time test; meso-damage characteristic