Porównanie wybranych właściwości fizycznych brykietu węglowego w stanie powietrznie-suchym i w atmosferze CO₂

ANDRZEJ NOWAKOWSKI, JULIUSZ TOPOLNICKI, JANUSZ NURKOWSKI, ZBIGNIEW LIZAK

Instytut Mechaniki Górotworu PAN; ul. Reymonta 27, 30-059 Kraków

Streszczenie

Przeprowadzono wytrzymałościowe testy trójosiowe próbek wykonanych z brykietu węglowego i pozostających w stanie powietrznie-suchym oraz nasączonych gazem sorbującym (CO₂). Wyniki badań wykazały, że obecność w przestrzeni porowej próbki brykietu gazu sorbowanego nie wpływa na wartość różnicowej granicy wytrzymałości tej próbki. Natomiast z analizy wartości modułu odkształceń podłużnych wynika, że jego wartość spada w obecności CO₂ co oznacza, że gaz sorbowany może zwiększyć odkształcalność próbki.

Słowa kluczowe: brykiet węglowy, gaz sorbujący, gaz sorbowany, różnicowa granica wytrzymałości, moduł odkształceń podłużnych

1. Wstęp

W trakcie prac statutowych prowadzonych w roku 2009 w Pracowni Odkształceń Skał oraz w Pracowni Mikromerytyki IMG PAN ukończono budowę komory trójosiowej pozwalającej na wykonywanie testów wytrzymałościowych próbek skał i węgli w atmosferze gazów sorbujących (CO₂ i CH₄). Wspomniana komora umożliwia wykonywanie testów tzw. konwencjonalnego trójosiowego ściskania¹ w warunkach, gdy medium wywołującym ciśnienie okólne oraz ciśnienie porowe jest wspomniany wyżej gaz sorbujący.

Komora jest urządzeniem przenośnym o wymiarach umożliwiających umieszczenie jej, w pozostającej na stanie Pracowni Odkształceń Skał IMG PAN, sztywnej maszynie wytrzymałościowej INSTRON 8500 Rock Testing System². W komorze można badać próbki o średnicy do 50 mm i wysokości do 100 mm, przy ciśnieniu gazu porównywalnym do ciśnienia złożowego. Ciśnienie gazu winno pozostawać stałe podczas eksperymentu. Wartość ciśnienia złożowego oszacowano – na podstawie prowadzonych *in situ* badań własnych (Topolnicki i in., 2004) – na niewiększą niż 2 MPa. Konstrukcja komory daje możliwość kondycjonowania badanej próbki w następujący sposób: najpierw z komory i próbki usuwane jest powietrze (pożądane jest uzyskanie próżni poniżej 10⁻² bara) a następnie próbka nasycana jest gazem pod żądanym ciśnieniem. Zakłada się, że w trakcie testu próbka pozostaje w równowadze sorpcyjnej. Szczegóły dotyczące budowy komory oraz jej wyposażenia znajdują się w sprawozdaniu z działalności statutowej IMG PAN za rok 2009 (por. Nowakowski i in., 2009).

2. Materiał do badań

Przedmiotem badań były brykiety węglowe wykonane z miału węglowego, dla którego 99% frakcji ziarnowej miało średnicę mniejszą niż 0,2 mm (przygotowany do wykonywania brykietów materiał pokazuje rys. 1). Masa materiału, z którego wykonywano każdy z brykietów, (czyli tzw. naważka) wynosiła 80 g, przy czym procedurę formowania brykietów opracowano w taki sposób, aby uzyskany w jej wyniku brykiet

¹ ang. *individual test*; por. Ulusay & Hudson (2007)

² opis maszyny wytrzymałościowej patrz Nowakowski (1997)

miał wysokość *h* rzędu 36mm i porowatość *n* rzędu 15%. Na potrzeby obliczeń porowatości przyjęto, że średnice *d* wszystkich brykietów oraz ich gęstości właściwe ρ_s były takie same i wynosiły odpowiednio 49,0 mm oraz 1,330 g×cm⁻³. Do badań wykonano ponad 30 brykietów z tym, że większość z nich została wykorzystana podczas testowania procedur badawczych i urządzeń pomiarowych. Listę brykietów wyko-rzystanych w badaniach wytrzymałościowych oraz niektóre ich właściwości zebrano w tab. 1.



Rys. 1. Miał węglowy przygotowany do wykonywania brykietów

Nr próbki	Naważka [g]	Masa	Wymiary brykietu		Gęstość brykietu		Porowatość
		brykietu, <i>m</i>	h	d	objętościowa, <i>p</i>	właściwa, ρ_S	brykietu, <i>n</i>
		[g]	[mm]	[mm]	$[g \times cm^{-3}]$	$[g \times cm^{-3}]$	[%]
16	80,00	79,75	37,70	49,00	1,122	1,330	15,66
17		79,15	35,90		1,169		12,09
18		79,11	36,40		1,153		13,34
19		79,12	36,20		1,159		12,85
20		79,17	35,95		1,168		12,19
21		79,12	36,00		1,165		12,37
22		79,38	36,00		1,169		12,08
23		78,92	36,00		1,163		12,59
24		79,32	35,95		1,170		12,03
25		78,97	36,00		1,163		12,54
26		79,29	35,20		1,195		10,19
27		79,44	36,30		1,161		12,74
28		79,27	36,40		1,155		13,17
29		79,31	36,15		1,163		12,52
30		79,35	36,25		1,161		12,72
31		79,51	36,40		1,158		12,91

Tab. 1. Zestawienie brykietów wykorzystanych w badaniach wytrzymałościowych i niektórych ich właściwości

3. Procedura badawcza

Opisaną poniżej procedurę badawczą opracowano w taki sposób, aby uzyskane wyniki umożliwiły stwierdzenie, czy obecność gazu sorbującego (w tym przypadku CO_2) w znaczący sposób zmienia wytrzymałość na ściskanie R_C oraz moduł odkształceń podłużnych E wykonanego brykietu.

Same testy wykonano w sposób następujący: najpierw wykonano testy jednoosiowego ściskania brykietów w stanie powietrznie-suchym. Do tego celu wykorzystano próbki nr: 17, 22 i 23. Rys. 2 pokazuje jeden z takich testów, przy czym ich wyniki dostarczyły istotnych wskazówek odnośnie metodyki badań.



Rys. 2. Test jednoosiowego ściskania brykietu znajdującego się w stanie powietrznie suchym: 1 – próbka, 2 – dynamometr, 3 – dolna pokrywa komory, 4 – kowadło górne, 5 – rozdzielacz

Przede wszystkim należy podkreślić, że już pierwsze testy wykonywane w latach 2009-2010 wykazały bardzo dużą wrażliwość wyniku eksperymentu na obecność momentu zginającego wynikającego z nierównoległości podstaw próbki. Z drugiej strony proces produkcji brykietu nie gwarantował uzyskania tej równoległości z wystarczająca dokładnością. W związku z tym zaszła konieczność zastąpienia podczas eksperymentów płaskiego górnego kowadła **4** (patrz wyżej, rys. 2) odpowiednią kulisą zapewniającą redukcję ewentualnego momentu zginającego. Rys. 3 przedstawia próbkę wraz z kulisą **6** podczas testu jednoosiowego ściskania. Podczas testów trójosiowych kulisa znajdowała się wewnątrz komory.

Kolejnym krokiem było wykonanie eksperymentów na próbkach nasączonych dwutlenkiem węgla. Aby zapewnić możliwie pełne nasączenie próbek CO₂ próbka brykietu umieszczana była w zamkniętej szczelnie komorze, z której najpierw – przez 48 h – wypompowywano powietrze, a następnie – prze kolejne 48 h – utrzymywano ciśnienie dwutlenku węgla na poziomie rzędu 0,6 MPa (z dokładnością do wahań temperatury w pomieszczeniu). Rys. 4 pokazuje wygląd stanowiska do wypompowywania gazu a rys. 5 komorę podczas tej procedury. Na rys. 4 widać na pierwszym planie pompę próżniową **7**, która jest podłączona do widocznej w głębi komory **8** wężem **9**. Po lewej stronie komory, na drewnianej podstawce, leży – wykonane przez dr inż. Adama Kanciruka z Pracowni Odkształceń Skał IMG PAN – urządzenie odczytowe SGM-1C81 **10**, które jest podłączone do znajdującego się wewnątrz komory manometru i umożliwia odczyt wartości siły osiowej obciążającej znajdującą się w komorze próbkę.



Rys. 3. Próbka wraz z kulisą podczas testu jednoosiowego ściskania: **1** – próbka, **2** – dynamometr, **3** – dolna płyta komory, **6** – kulisa



Rys. 4. Stanowisko podczas odpompowywania gazu: 7 – pompa próżniowa, 8 – komora, 9 – wąż łączący pompę z komorą, 10 – urządzenie odczytowe

Na rys. 5 pokazano zbliżenie komory **8** podczas odpompowywania gazu z przestrzeni porowej próbki. Widać wąż łączący komorę z pompą próżniową **9** oraz wąż zbrojony **11** łączący komorę z reduktorem butli gazowej zawierającej CO₂. Warto zwrócić uwagę, że zawór **12** przy rurze **9** ustawiony jest w położeniu "otwarte", podczas gdy zawór **13** przy rurze **11** w położeniu "zamknięte". Świadczy to, iż zdjęcie wykonano podczas odpompowywania próbki, gdyż podczas nasączania próbki gazem położenia zaworów byłyby odwrotne.

Po zakończeniu opisanej powyżej procedury kondycjonowania próbki komora wraz z próbką umieszczana była w prasie INSTRON 8500 Rock Testing System i ściskana do zniszczenia ze stałą prędkością przesuwu tłoka dl/dt równą 0,01 mm×s⁻¹, która – przy wysokości próbki rzędu 36,0 mm – odpowiada prędkości zmiany odkształcenia tej próbki rzędu 0,03%×s⁻¹. W trakcie eksperymentu rejestrowane były: przemieszczenie tłoka Δl , siła wskazywana przez dynamometr wewnątrz komory P_K oraz siła wskazywana przez dynamometr prasy INSTRON P_I . Na podstawie tych informacji oraz danych zawartych w tab. 1 wyznaczano odkształcenie podłużne badanej próbki ε_1 oraz różnicowe naprężenie osiowe w badanej próbce $\sigma_1-\sigma_3$ odpowiednio według wzorów:

$$\varepsilon_1 = \frac{\Delta l}{h} \tag{1}$$

$$\sigma_1 - \sigma_3 = \frac{P_K}{S} \quad \text{gdzie} \quad S = \frac{\pi d^2}{4} \tag{2}$$

Jak łatwo zauważyć w obliczeniach nie uwzględniano zmiany przekroju próbki podczas ściskania (wzór (2)) oraz faktu, że w rzeczywistości pokazywane przez czujnik pozycji tłoka jego przemieszczenie



Rys. 5. Komora podczas odpompowywania gazu: 8 – komora, 9 – wąż łączący pompę z komorą, 11 – wąż łączący butle gazową z komorą, 12 – zawór odcinający pompę, 13 – zawór odcinający butlę

jest w rzeczywistości sumą skrócenia próbki oraz skrócenia znajdujących się w układzie przekazywania obciążenia elementów prasy (separatory). Widok komory podczas ściskania pokazuje rys. 6 a zniszczoną próbkę (po eksperymencie) rys. 7.

4. Wyniki badań

Rezultaty przeprowadzonych eksperymentów przedstawiano w postaci krzywych zależności miedzy naprężeniem różnicowym $\sigma_1-\sigma_3$ a odkształceniem podłużnym badanej próbki ε_1 . Przykładowe zestawienie takich krzywych pokazano na rys. 8. Pokazane tam wyniki dotyczą próbek, dla których porowatość spełniała warunek 14,65% $\leq n \leq 15,40\%$. W górnej części rysunku poprowadzono dwie poziome linie przerywane $\sigma_1-\sigma_3$ = const. Wyższa z nich odpowiada maksymalnej uzyskanej wartości różnicowej granicy wytrzymałości, mniejsza zaś wartości minimalnej tej granicy. Można oszacować, że różnicowa granica wytrzymałości ${}^R\sigma_1-\sigma_3$ dla pokazanych próbek zawiera się w przedziale od 10,8 MPa do 11,6 MPa, co daje amplitudę 0,8 MPa czyli ok. 7,4% wartości minimalnej. Biorąc pod uwagę liczbę czynników wpływających na wynik eksperymentów (niejednorodność próbek, nierównoległość podstaw, wahania temperatury w laboratorium) można uznać, że w przypadku brykietu węglowego różnicowa granica wytrzymałości próbki nie zależy w widoczny sposób od obecności CO₂ w przestrzeni porowej próbki.

Nieco inaczej wygląda sytuacja w przypadku odkształcalności próbki. Jeżeli za miarę tej odkształcalności uznać wartość modułu odkształceń podłużnych E – obliczanego jako tangens kąta nachylenia prostoliniowej części krzywej pokazanej na rys. 8 do osi odciętych – to wydaje się, że obecność dwutlenku węgla w przestrzeni porowej skały znacząco zmienia wartość E. Na rys. 9 pokazano te krzywe z rys. 8, które dotyczą próbek w stanie powietrznie-suchym. Dla każdej z pokazanych krzywych wyznaczono moduł odkształceń podłużnych E_{nr} (gdzie **nr** oznacza numer próbki) oraz policzono średni moduł odkształceń podłużnych $E_{śr}$. Identycznie postąpiono w przypadku krzywych uzyskanych dla próbek nasączonych dwutlenkiem węgla (rys. 10). Pokazane na rys. 9 i 10 wartości modułów odkształceń podłużnych wskazują, że obecność CO₂ zwiększa odkształcalność brykietu węglowego.



Rys. 6. Komora podczas ściskania w prasie INSTRON 8500 Rock Testing System



Rys. 7. Próbka zniszczona (po eksperymencie)



Rys. 8. Przykładowe krzywe zależności miedzy naprężeniem różnicowym (σ_1 – σ_3) a odkształceniem podłużnym (ε_1) badanych próbek



Rys. 9. Moduły odkształceń podłużnych wyznaczone dla próbek w stanie powietrznie-suchym



5. Podsumowanie

Analiza literatury przedmiotu przedstawiona miedzy innymi przez Nowakowskiego i in. (2009) wskazuje, iż dotychczas większość autorów ograniczała się do badał efektów pęcznienia i generowania naprężeń wywołanych sorpcją (dobrym przykładem jest tu praca Czaplińskiego i Gustkiewicza, 1990). Badania dotyczące wpływu obecności związanego sorpcją gazu na wytrzymałość i moduł odkształceń podłużnych węgla są stosunkowo nieliczne, a sam problem nie jest rozwiązany. Większość badaczy (Ettinger i Lamba, 1957; Tankard, 1957) uznaje istnienie tego wpływu, ale jest też grupa takich, którzy są przeciwnego zdania (np. Ates i Barron, 1988).

W prezentowanych badaniach przeprowadzono porównanie niektórych właściwości wytrzymałościowych i deformacyjnych brykietów węglowych w stanie powietrznie-suchym i nasyconych równowagowo dwutlenkiem węgla pod ciśnieniem 0.6 MPa. Nie stwierdzono wyraźnego wpływu obecności dwutlenku węgla na wartość różnicowej granicy wytrzymałości brykietów na ściskanie. W stanie powietrznie-suchym brykiety oznaczone numerami 19, 22, 23 (tab. 1) pękają przy naprężeniach osiowych równych odpowiednio: 11,2 MPa, 11,2 MPa i 11,4 MPa – średnia 11,27 MPa. Natomiast brykiety nasycone CO_2 – numery: 25, 27, 30 (tab. 1) – pękają przy różnicowych naprężeniach osiowych równych odpowiednio: 10,4 MPa, 11,6 MPa i 11,6 MPa, co daje średnią równą 11.20 MPa. Wyniki te nie wskazują na istnienie wyraźnego wpływu obecności związanego sorpcyjnie CO_2 na wytrzymałość na ściskanie badanych brykietów.

Kształty krzywych zależności miedzy naprężeniem różnicowym σ_1 – σ_3 a odkształceniem podłużnym ε_1 jakie zostały zarejestrowane przy testowaniu brykietów powietrznie-suchych (19, 22, 23) są nieregularne i znacząco różne (rys. 9). W przypadku próbki 27 nachylenie odpowiedniej krzywej do osi odciętych ulega zmianie. Uśredniona wartość modułu odkształceń podłużnych wynosi dla tych próbek 0,42 GPa (rys. 9). W przypadku brykietów nasyconych CO₂ kształty te są bardziej do siebie zbliżone (rys. 10) a odpowiednia średnia jest wyraźnie niższa i wynosi 0,38 GPa (rys. 10). Wydaje się zatem, że hipotezy o zmianie odkształcalności badanych brykietów wskutek działania zasorbowanego CO₂ nie można odrzucić. Otrzymane wyniki sugerują, że zasorbowany dwutlenek węgla powoduje obniżenie wartości modułu odkształceń podłużnych badanych brykietów.

Praca została wykonana w roku 2010 w ramach prac statutowych realizowanych w IMG PAN w Krakowie, finansowanych przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego.

Literatura

- Ates Y., Barron K., 1988: *The effect of gas sorption on the strength of coal*, Mining Science and Technology, Vol. 6, Iss. 3, March 1988, pp. 291-300.
- Ettinger I.L., Lamba E.G., 1957: Gas medium in coal breaking process, Fuel, 36 (1957): 298.
- Czapliński A., Gustkiewicz J., 1990: Sorpcyjne naprężenia i odkształcenia w węglu. W: "Górotwór jako ośrodek wielofazowy. Wyrzuty skalno-gazowe. T. II", J. Litwiniszyn (red.), Wyd. AGH, Kraków, s. 455-468.
- Nowakowski A., 1997: *Wpływ sposobu obciązania próbki w sztywnej maszynie wytrzymałosciowej na wynik testu jednoosiowego ściskania.* W: "Geotechnika Górnica i Budownictwo Podziemne", mat. XX Zimowej Szkoły Mech. Górotworu, Szklarska Poręba 3 – 7 III 1997, Dolnośl. Wyd. Edukacyjne, Wrocław, s. 357-364.
- Nowakowski A., Topolnicki J., Nurkowski J., Wierzbicki M., Sobczyk J., Lizak Z., 2009: Stanowisko do badania próbek wegli i skał w atmosferze gazów, pod ciśnieniem. Prace IMG PAN, t. 11, nr 1-4, s. 3-14.
- Tankard J.H.G., 1957: *The effect of sorbed carbon dioxide upon the strength of coals*, M.Sc. thesis, The University of Sydney, Australia.
- Topolnicki J., Wierzbicki M., Skoczylas N., 2004: *Wyrzuty skalno-gazowe w świetle badań laboratoryjnych i pomiarów kopalnianych*, Archiwum Górnictwa, Special Issue, 49, s. 99-116.
- Ulusay R., Hudson J., A., (eds.), 2007: Suggested Methods for Determining the Strength of Rock Materials in Triaxial Compression: Revised Version. In: "The Complete ISRM Suggested Methods for Rock Characterization, Testing and Monitoring: 1974-2006", Kozan Ofset Matbaacilik San. Ve Tic. Sti., Ankara, Turkey, pp. 159-164.

Comparison of selected physical properties of coal briquettes in the dry air conditions and in the atmosphere of CO₂

Samples of coal briquettes in the dry air conditions and saturated with CO_2 were subjected to the triaxial stress tests. Results show that the presence of a sorbing gas in the briquette's porous structure does not affect the differential stress limit of the sample. On the other hand, the analysis of the longitudinal modulus of elasticity reveals that its value tends to decrease in the presence of CO_2 , which indicates that the sorbing gas improves the sample's elasticity.

Keywords: coal briquette, sorbing gas, differential stress limit, longitudinal modulus of elasticity