

УДК 622.257.1

## ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЛЬТРАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ЗАКЛАДОЧНЫХ АВТОКЛАВНЫХ МАТЕРИАЛОВ

© А.В. Угляница, Т.В. Хмеленко, К.Д. Солонин

*Ключевые слова:* закладка; горная выработка; топливный шлак; известь; водонепроницаемость; автоклавная обработка.

Приведены зависимости фильтрационных свойств автоклавных закладочных материалов, состоящих из молотого топливного шлака и негашеной извести, от параметров закладочной смеси и ее автоклавной обработки.

В КузГТУ выполнены лабораторные исследования зависимости компрессионных свойств закладочных автоклавных материалов для вертикальных горных выработок на основе топливных шлаков от параметров закладочной смеси и ее автоклавной обработки [1]. Однако требования нормативных документов обязывают производить закладку ликвидируемых вертикальных выработок не только беззасадочным, но и водонепроницаемым материалом [2]. Поэтому при выборе автоклавного материала для закладки выработанного пространства шахтных стволов необходимо также учитывать его фильтрационные свойства.

Целью настоящего исследования являлось изучение фильтрационных свойств закладочного автоклавного материала и возможности получения водонепроницаемого массива при закладке вертикальных горных выработок.

На компрессионные фильтрационные свойства автоклавных материалов могут оказывать влияние следующие параметры закладочной смеси: тип извести (гашеная известь, негашеная известь, сорт извести); степень дисперсности составляющих вяжущего; водовязущее отношение (ВВО); коэффициент основности (соотношение, учитывающее содержание различных химических элементов, участвующих в образовании новых соединений). Кроме того, на фильтрационные свойства автоклавных материалов могут оказывать влияние параметры их автоклавной обработки – продолжительности: предавтоклавной выдержки, подъема давления водяного пара, выдержки при максимальном давлении водяного пара и спуска давления водяного пара.

Для испытания применяли бетонные образцы-цилиндры с диаметром 150 мм и высотой 150 мм. Отклонения для всех образцов не превышали  $\pm 0,5$  мм.

Образцы изготавливали следующим образом: молотый шлак тщательно перемешивали с расчетным количеством извести и воды, приготовленную смесь помещали в цилиндрические металлические формы, после чего подвергали обработке в автоклаве.

Обработку вели по заданному температурному графику. Подъем и спуск температуры регулировали с помощью реостата. Давление контролировали с помощью манометра, установленного на автоклаве.

Каждая экспериментальная серия, с учетом возможной отбраковки, состояла из 10 образцов. Если на поверхности образцов имелись трещины шириной более 0,1 мм, раковины размером более 5 мм или другие дефекты, связанные с плохим уплотнением смеси, эти образцы испытаниям не подвергали. Если число образцов, признанных негодными, составляло более двух, браковали всю серию [3].

Водонепроницаемость определяли по коэффициенту фильтрации в соответствии с ГОСТ 12730.5-84 «Бетоны. Методы определения водонепроницаемости» [4]. Для этого использовали специальную установку, в поворотных гнездах которой крепились обоймы с образцами. Перед испытанием образцы выдерживали в помещении лаборатории до момента, пока изменение массы образца за сутки составляло менее 0,1 %. Зазор между приготовленными к испытаниям образцами и металлическими обоймами заливали расплавленным битумом. Перед началом испытаний проверяли образцы на надежность герметизации и дефективность путем оценки характера фильтрации воздуха.

К торцевой поверхности закрепленных обойм подавали воду по магистралям установки. Вода, применяемая для испытаний согласно ГОСТ 23732-79, была предварительно дезарирована путем кипячения более 1 ч и не содержала агрессивных и кольматирующих частиц.

Давление увеличивали ступенями по 0,1 МПа с выдержкой на каждой ступени 1 ч. Подъем давления прекращали при появлении фильтрата, и при достигнутом давлении определяли коэффициент фильтрации.

Для каждого образца измеряли количество профильтровавшейся воды 6 раз. Первое измерение проводили через 1 ч после начала фильтрации, при этом прирост количества профильтровавшейся воды при трех последовательных измерениях с интервалом 30 мин. не должен был превышать 20 %. Дальнейшие замеры производили каждые 30 мин.

Если при максимальном давлении 1,3 МПа не наблюдалась фильтрация в течение 96 ч, испытания прекращали.

Измерение количества фильтрата проводили объемным методом, собирая воду, прошедшую через образец.

Значение коэффициента фильтрации вычисляли по формуле:

$$K_f = \eta \frac{Q\delta}{S\tau\Delta P} k,$$

где  $K_f$  – коэффициент фильтрации, см/с;  $\delta$  – толщина образца, см ( $\delta = 15$  см);  $S$  – площадь образца, см<sup>2</sup> ( $S = 177$  см<sup>2</sup>);  $\tau$  – время, в течение которого измеряется объем фильтрата, с;  $\Delta P = P_1 - P_2$  – разность давления на входе  $P_1$  и выходе  $P_2$  из образца ( $P_1$  принимают равным избыточному давлению в системе установки, а  $P_2 = 0$  при условии свободного истечения фильтрата с поверхности образца);  $\eta$  – коэффициент, учитывающий вязкость воды при различной температуре (т. к. температура воды составляла 20 °С, принимали  $\eta = 1,0$ );  $k$  – коэффициент, учитывающий влияние диаметра образца (т. к. диаметр образцов составляет  $D = 15$  см, принимали  $k = 1$ ).

Если коэффициент фильтрации полученных образцов не превышал  $K_f \leq 1,2 \cdot 10^{-10}$  см/с (0,001 м/сут.), т. е. материал был водоупорным, то изменяли исследуемый параметр смеси так, чтобы коэффициент фильтрации увеличивался. Испытания проводили до получения не водоупорного материала с  $K_f \leq 0,001$  м/сут. Если коэффициент фильтрации полученных образцов превышал  $K_f > 0,001$  м/сут., т. е. материал не был водоупорным, то изменяли исследуемые параметры смеси так, чтобы коэффициент фильтрации уменьшался. Испытания проводили до получения водоупорного материала.

При исследовании влияния параметров закладочной смеси параметры автоклавной обработки принимали следующими: выдержка образцов перед автоклавной обработкой – 4 ч; продолжительность подъема давления водяного пара – 0,75 ч; выдержка образцов при максимальном давлении – 6 ч; продолжительность спуска давления до атмосферного – 5 ч. Максимальное давление водяного пара при автоклавной обработке принимали равным 0,9 МПа.

При исследовании влияния на фильтрационные свойства коэффициента основности первоначально были испытаны образцы, приготовленные из молотого шлака и негашеной извести с коэффициентом основности  $K_{осн} = 0,8$ . Так как при исследовании компрессионных свойств значение коэффициента основности, равное 0,8, являлось нижней границей [1]. При получении водоупорного материала коэффициент основности уменьшали на 0,1.

Известно, что использование гашеной извести значительно снижает фильтрационные свойства закладочных автоклавных материалов. При испытании образцов, изготовленных из молотого шлака и гашеной извести, коэффициент основности смеси изменяли в интервале  $K_{осн} = 0,6 \div 1,6$  с шагом, равным 0,1. При этом все испытанные образцы не являлись водоупорными. В дальнейших экспериментах применяли только негашеную кальциевую известь первого сорта.

При исследовании влияния *водовяжущего отношения смеси* (ВВО) на фильтрационные свойства автоклавного материала принимали водовяжущее отношение смеси ВВО равным 0,4–0,8 с шагом 0,1, поскольку при меньших значениях не получается связного пластичного теста, необходимого для равномерного за-

полнения закладываемого объема, а при больших значениях получается очень жидкая суспензия.

При определении зависимости фильтрационных свойств автоклавного материала от степени помола негашеной извести и шлака в автоклавной смеси изготавливали образцы с соотношениями помола извести и шлака И : Ш = 0,16:0,16; 0,08:0,16 и 0,08:0,08, при этом водовяжущее отношение ВВО изменяли в интервале ВВО = 0,5÷0,8 (при таком ВВО тесто легко изготавливается и избыточная вода не оказывает влияния на механические свойства материала), а коэффициент основности – в интервале  $K_{осн} = 0,8 \div 0,2$ . При получении неводоупорного материала изменяли параметры смеси до получения водоупора и наоборот.

При исследовании влияния параметров автоклавной обработки на фильтрационные свойства закладочного материала первоначально изготавливали образцы с продолжительностью предавтоклавной выдержки 2 ч, а затем с шагом в 2 ч увеличивали до 10 ч. Это обусловлено технологическими особенностями послойного создания закладочного массива в вертикальной горной выработке, когда к созданию последующего слоя приступают только после завершения твердения предыдущего.

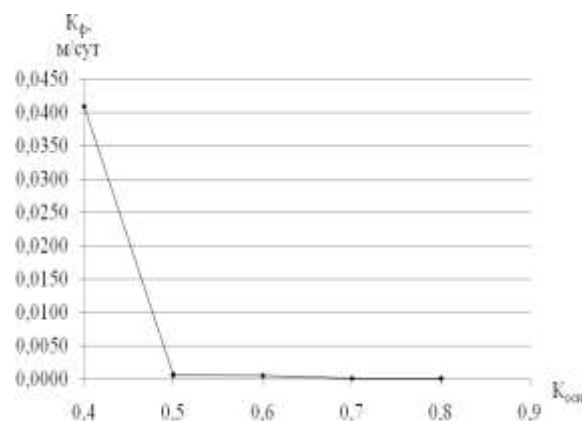


Рис. 1. Зависимость коэффициента фильтрации  $K_f$  от коэффициента основности  $K_{осн}$  с применением негашеной извести

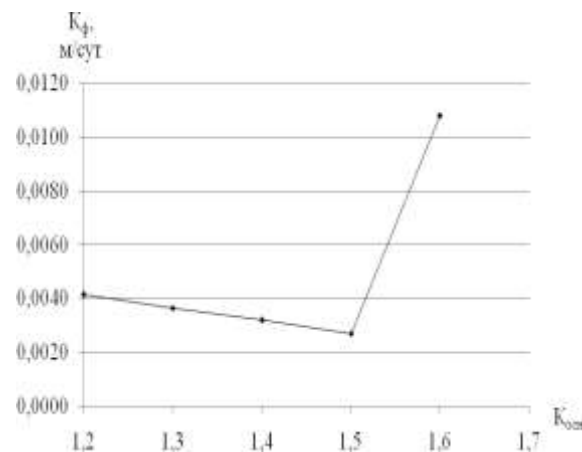


Рис. 2. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  с применением гашеной извести

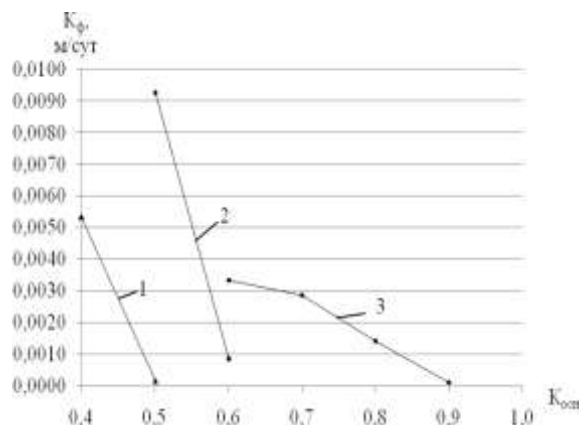


Рис. 3. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  и ВВО: кривая 1 – ВВО = 0,4; кривая 2 – ВВО = 0,6; кривая 3 – ВВО = 0,7

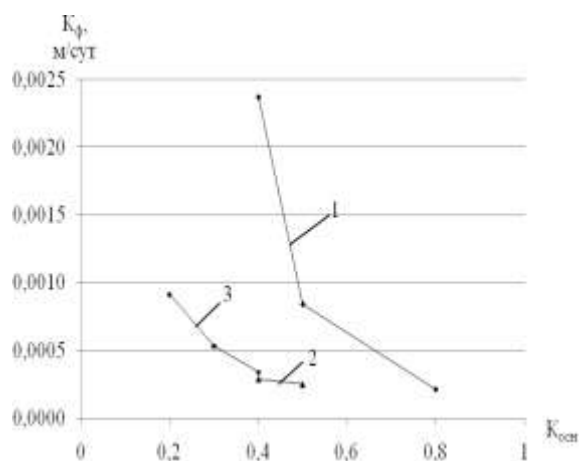


Рис. 4. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  и помола извести и шлака в смеси при ВВО = 0,5: кривая 1 – И : Ш = 0,16:0,16; кривая 2 – И : Ш = 0,08 : 0,16; кривая 3 – И : Ш = 0,08:0,08

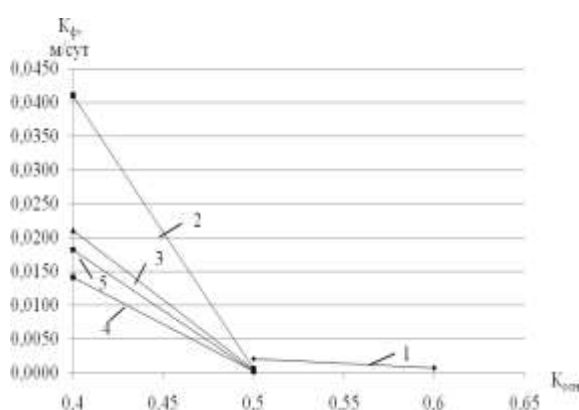


Рис. 5. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  и продолжительности пред-автоклавной выдержки: кривая 1 – выдержка 2 ч; кривая 2 – выдержка 4 ч; кривая 3 – выдержка 6 ч; кривая 4 – выдержка 8 ч; кривая 5 – выдержки 10 ч

Для определения степени влияния продолжительности подъема давления водяного пара на фильтрационные свойства автоклавного материала изготавливали

образцы с продолжительностью подъема водяного пара – 0,75 ч, затем увеличивали этот параметр до 1,5 ч и далее с шагом 1,5 ч до 4,5 ч. Это связано с тем, что пропаривание закладочной смеси будет производиться через инжекторы, расположенные внутри этой смеси. Увеличение расстояния между инжекторами сократит их количество и, следовательно, стоимость закладки, но одновременно приведет к увеличению продолжительности подъема давления водяного пара. Минимальная продолжительность подъема давления 0,75 ч обусловлена необходимостью разогрева массива паром с ограниченной температурой (т. к. давление пара не должно превышать 0,9 МПа). Максимальная продолжительность 4,5 ч связана с ограничением времени на закладку. На практике продолжительность подъема давления водяного пара будет задаваться принятым расстоянием между инжекторами.

Степень влияния продолжительности выдержки смеси в автоклаве при максимальном давлении на фильтрационные свойства автоклавного материала первоначально определяли на образцах, выдержанных при максимальном давлении водяного пара в течение 8 ч. После этого уменьшали продолжительность автоклавной обработки при максимальном давлении водяного пара до 2 ч с шагом 2 ч.

Продолжительность снижения давления водяного пара при исследовании степени ее влияния на фильтрационные свойства автоклавного материала принимали 5 ч, затем значение указанного параметра снижали с шагом 1 ч до 2 ч. Это обусловлено тем, что при резком падении давления водяного пара условия для протекания химических реакций менее благоприятны, чем при медленном снижении. К тому же на этом этапе изделие имеет более высокую температуру, чем окружающая среда, поэтому в порах, заполненных конденсатом, происходит бурное парообразование, что может привести к значительному снижению фильтрационных свойств [1].

Графическая иллюстрация результатов экспериментальных исследований представлена на рис. 1–8.

Выполненные исследования фильтрационных свойств закладочных автоклавных материалов на основе молотого шлака и извести позволили сделать следующие выводы.

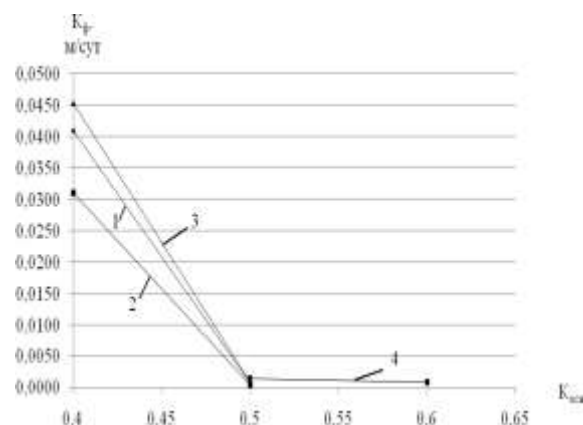


Рис. 6. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  и продолжительности подъема давления: кривая 1 – 0,75 ч; кривая 2 – 1,50 ч; кривая 3 – 3,00 ч; кривая 4 – 4,50 ч

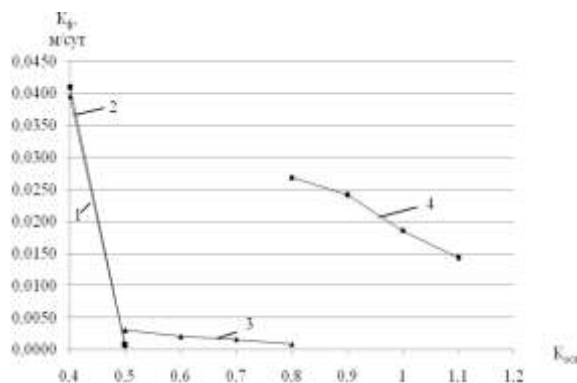


Рис. 7. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  и продолжительности выдержки при максимальном давлении: кривая 1 – выдержка 2 ч; кривая 2 – выдержка 4 ч; кривая 3 – выдержка 6 ч; кривая 4 – выдержка 8 ч

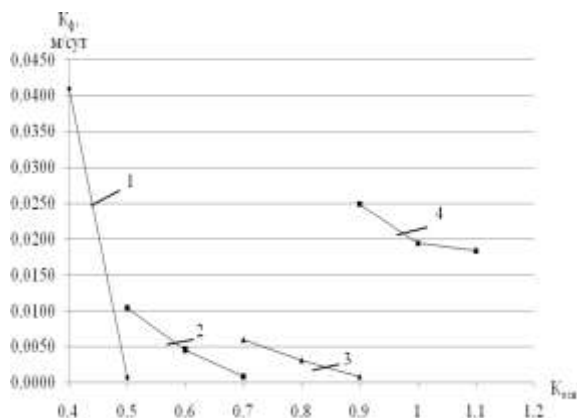


Рис. 8. Зависимость  $K_f$  от  $K_{осн}$  и продолжительности спуска давления: кривая 1 – 2 ч; кривая 2 – 3 ч; кривая 3 – 4 ч; кривая 4 – 5 ч

1. Применение гашеной извести в закладочной смеси вместо негашеной не позволяет получать водоупорный автоклавный материал.

2. При увеличении водовязущего отношения закладочной смеси для получения водоупорного материала необходимо увеличивать коэффициент основности автоклавного вяжущего.

3. Снижение тонкости помола извести и шлака в смеси от 0,16 до 0,08 мм позволяет снижать коэффициент основности смеси  $K_{осн}$  от 0,5 до 0,3 при сохранении водоупорности автоклавного материала.

4. Продолжительность предавтоклавной выдержки в интервале 4–10 ч не оказывает значимого воздействия на коэффициент фильтрации автоклавного материала, при меньшей продолжительности необходимо увеличивать коэффициента основности.

5. Продолжительность подъема давления водяного пара в интервале от 0,75 до 3 ч не оказывает значимого воздействия на коэффициент фильтрации автоклавного материала, при увеличении продолжительности подъема давления необходимо увеличивать коэффициент основности.

6. Продолжительность автоклавной обработки при максимальном давлении водяного пара в интервале 6–8 ч не оказывает значимого влияния на коэффициент фильтрации материала.

7. Снижение продолжительности автоклавной обработки до 4 ч увеличивает расход извести для получения водоупорного автоклавного материала.

8. При продолжительности автоклавной обработки менее 4 ч, коэффициенте основности до 1,1 и крупности частиц вяжущего до 0,16 мм невозможно получить водоупорный материал.

9. Снижение продолжительности спуска давления водяного пара с 5 до 3 ч обуславливает увеличение коэффициента основности на 0,4 для получения водоупорного материала.

10. При снижении продолжительности спуска давления водяного пара менее 4 ч при коэффициенте основности до 1,1 и крупности частиц вяжущего до 0,16 мм невозможно получить водоупорный материал.

Выполненные исследования позволили определить рациональные параметры закладочных автоклавных смесей на основе молотого шлака и извести для получения водонепроницаемого закладочного массива в вертикальных горных выработках.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Исаенко А.В., Угляница А.В. Исследование компрессионных свойств закладочных автоклавных массивов // Вестник Тамбовского университета. Серия Естественные и технические науки. Тамбов, 2011. Т. 16. Вып. 3. С. 981-986.
2. Инструкция о порядке ведения работ по ликвидации и консервации опасных производственных объектов, связанных с пользованием недрами. РД 07-291-99 / Федеральный горный и промышленный надзор России. М.: ГУП НТЦ «Промышленная безопасность», 2002. 17 с.
3. Ашмарин И.П., Васильев И.Н., Амбросов В.А. Быстрые методы статистической обработки и планирование экспериментов. Л.: ЛГУ, 1975. 76 с.
4. ГОСТ 12730.5-84 Бетоны. Методы определения водонепроницаемости. Взамен ГОСТ 12730.5-78, ГОСТ 19426-74; введ. 1984-06-18. М.: Изд-во стандартов, 1994. 12 с.

Поступила в редакцию 29 марта 2013 г.

## Uglyanitsa A.V., Khmelenko T.V., Solonin K.D. STUDY OF FILTRATION PROPERTIES OF BACKFILL AUTOCLAVE MATERIALS

Dependences of filtration properties of autoclave backfill materials consisting of ground fuel slag and quicklime on parameters of a backfill mixture and its autoclave processing are given.

**Key words:** backfill; mine working; fuel slag; quicklime; compression; autoclaving.