

Д. т. н. Р. Стонис¹ (✉), д. т. н. А. Ягнятинскис¹, д. т. н. Ю. Малайшкене¹,
д. т. н. Е. Шкамат¹, д. т. н. В. Антонович¹, д. т. н. А. Корякин², д. т. н. А. Куджма¹

¹ Институт строительных материалов, Вильнюсский
технический университет им. Гедиминаса, г. Вильнюс, Литва

² Институт материалов и конструкций, Рижский
технический университет, г. Рига, Латвия

УДК 666.974.2

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОГО МЕТОДА ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ПОГЛОЩЕНИЯ ЗВУКА ДЛЯ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ ДОЛГОВЕЧНОСТИ (ТЕРМОСТОЙКОСТИ) ЖАРСТОЙКИХ БЕТОНОВ

На примере жаростойкого бетона трех разных составов (без добавок, с пластификатором, с микро-наполнителем и комбинированным пластификатором) показана возможность использования метода измерения коэффициента поглощения звука α для прогнозирования термостойкости и остаточного ресурса жаростойких материалов. Установлено критическое значение α , соответствующее значительной степени разрушения материала, при котором дальнейшая эксплуатация невозможна. Получены первичные уравнения регрессии, которые могут быть использованы для примерного прогнозирования термической стойкости жаростойких материалов и установления их остаточного ресурса.

Ключевые слова: жаростойкий бетон, коэффициент поглощения звука, прогнозирование термостойкости, остаточный ресурс.

ВВЕДЕНИЕ

Разрушение огнеупорного материала футеровок различных тепловых агрегатов происходит вследствие циклического температурного воздействия при многократном нагревании и остывании футеровки. Поэтому одной из важных характеристик огнеупора является его стойкость к термическим ударам. Для определения термостойкости огнеупорных материалов в основном применяется метод, сущность которого заключается в определении количества термических циклов (нагревов и резких охлаждений), которые может выдержать изделие до определенной степени его разрушения. Для изучения структуры огнеупорных материалов и оценки ее повреждений часто применяются такие методы, как измерение скорости распространения ультразвука [1], оценка повреждений методом микроскопии [2], оценка потери массы после термических циклов [3]. В данной работе для определения по-

врежденного состояния жаростойкого бетона предлагается альтернативный акустический неразрушающий метод, основанный на измерении поглощения звука в твердых материалах. Акустические методы используются при анализе образования и распространения трещин в различных конструкционных материалах — металлах [4], бетонах [5], геополимерах [6], кладке [7]. Для оценки повреждений жаростойкого вибробетона, подверженного воздействию термических циклов, также могут быть применены акустические методы [8, 9]. Однако прогнозирование долговечности материала зачастую затруднено вследствие сложности фазового и гранулометрического состава — используются наполнители разной формы и размеров, различные связующие и множество добавок, температурные коэффициенты расширения которых могут сильно различаться [10].

Цель данной работы — изучение изменения скорости распространения ультразвукового импульса (УИ) и коэффициента поглощения звука при циклических термических нагрузках жаростойкого бетона и установление уравнений зависимостей, которые могут быть использованы для прогнозирования долговечности (количества циклов) материала по критическому значению коэффициента поглощения, учитывая различные составы бетона.



Р. Стонис
E-mail: rimvydas.stonys@vgtu.lt

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА

Для проведения акустических испытаний были изготовлены образцы бетонов трех разных составов. Для изготовления образцов использовались следующие материалы:

- глиноземистый цемент «Горкал-40» (G40) с содержанием Al_2O_3 не менее 40 % (химический состав, мас. %: Al_2O_3 40,8, CaO 39,5, Fe_2O_3 12,5, SiO_2 5,5, MgO 1,2; удельная поверхность по Блейну 320 м²/кг; насыпная плотность 1100 кг/м³) и высокоглиноземистый цемент «Горкал-70» (G70) с содержанием Al_2O_3 не менее 70 % (химический состав, мас. %: Al_2O_3 70,0–72,0, CaO 28,0–29,0, SiO_2 < 0,5, Fe_2O_3 < 0,5; удельная поверхность по Блейну 450 м²/кг, насыпная плотность 1100 кг/м³) фирмы «Górka Cement Sp. zo.o.» (Польша);

- шамотный заполнитель фракции мельче 5 мм марок Bos125 (химический состав, мас. %: Al_2O_3 26,31, SiO_2 59,18, CaO 2,05, Fe_2O_3 2,90) и Bos145 (химический состав, мас. %: Al_2O_3 44,3, SiO_2 49,5, CaO 0,6, Fe_2O_3 2,07) фирмы Tabex Ozmo (Польша);

- молотый дисперсный заполнитель (GF Bos125 и GF Bos145), изготовленный из тех же шамотных заполнителей, измельченный в течение 1 ч в шаровой мельнице и просеянный через сито 0,14 мм;

- молотый кварцевый песок (GQS) фирмы AB Apykščių kvarcas (Литва); химический состав, мас. %: SiO_2 99,20, Fe_2O_3 0,05, Al_2O_3 0,60, TiO_2 0,10; удельная поверхность по Блейну 490 м²/кг;

- микрокремнезем (MS) марки RW-Fuller фирмы RWSilicium GmbH (химический состав, мас. %: SiO_2 96,06, Al_2O_3 0,20, Fe_2O_3 0,05, C 0,60, CaO 0,25, MgO 0,40, K_2O 1,20, Na_2O 0,10, SO_3 0,35);

- реактивный глинозем (RA) марки CTC 20 фирмы Almatiss (Германия), Al_2O_3 99,7 мас. %, удельная поверхность по Блейну 2100 м²/кг;

- кальцинированный глинозем (CA) марки CT 19 фирмы Almatiss (Германия), Al_2O_3 99,8 мас. %, удельная поверхность по Блейну 400 м²/кг;

- дефлокулянты — поликарбоксилатный эфир марок Castament FS 20 (FS20) и Castament FS 40 (FS40) фирмы BASF и триполифосфат натрия (NT).

Характеристики используемых в данном исследовании бетонов представлены в табл. 1.

Изготовлены образцы цилиндрической формы диаметром 80 и высотой 50 мм. Образцы выдерживали 3 сут при 20 °С, после этого сушили при 110 °С до постоянной массы и обжигали при 950 °С. После обжига образцы подвергали термической циклической нагрузке в соответствии с ГОСТ 20910–90:1991. Один полный цикл включает выдержку образца в печи в течение 40 мин при 950 °С, охлаждение в холодной воде в течение 5 мин и на воздухе в течение 10 мин при комнатной температуре. После 3, 7, 11, 15, 18 и 21 цикла при помощи интерферометра проводи-

ли измерения коэффициента поглощения звука α по ISO 10534-1 и с помощью ультразвукового прибора Pundit-7 измеряли скорость ультразвукового импульса V. Состояние образцов также оценивали визуально. Статистический анализ данных проводили с помощью программных пакетов Excel и Statistica. Подобрана математическая модель, коэффициент детерминации которой близок к 1.

Для определения α выбран метод стоячей волны в трубе, который основан на определении величины максимального и минимального уровня звукового давления при распространении звука в трубе. Применение данного метода (также называемого методом импедансной трубы или интерферометра), основанного на образовании стоячей волны при нормальном падении звука на испытуемый материал, позволяет быстро с высокой точностью и повторяемостью проводить измерения α . Схема прибора, называемого «Аппарат стоячей волны», показана на рис. 1. Громкоговоритель излучает в трубу плоскую звуковую волну, которая, распространяясь в трубе, достигает испытуемого образца и отражается от него. Распространяющиеся в трубе падающая на испытуемый образец и отраженная волны в результате интерференции звука приводят к образованию стоячей волны, параметры которой зависят от разности фаз между падающим и отраженным звуком. Изменения уровня звукового давления по длине трубы определяются при помощи перемещаемого вдоль трубы микрофонного зонда. По результатам измерения уровней звукового давления в узлах стоячей волны (соответствует минимальному значению) и пучностях стоячей волны (соответствует максимальному

Таблица 1. Марка, состав и свойства бетонов

Параметр	Марка бетона		
	A	B	C
Компонентный состав, %:			
G40	25	25	–
G70	–	–	12
Bos125	60	60	–
Bos145	–	–	60,5
GF Bos125	15	12	–
GF Bos145	–	–	8
MS	–	3	5
GQS	–	–	2,5
RA	–	–	5
CA	–	–	7
NT*	–	–	0,1
FS40*	–	0,05	–
FS20*	–	–	0,1
вода	14,5	11	8
Плотность, кг/м ³ :			
после сушки при 110 °С	1990	2090	2250
после обжига при 1100 °С	1880	1970	2210
Прочность на сжатие, МПа:			
после сушки при 110 °С	35	73	109
после обжига при 1100 °С	12	46	126
Усадка после обжига при 1100 °С, %	0,14	0	0,28
* Сверх 100 % сухой смеси.			



Рис. 1. Аппарат стоячей волны с передвижным микрофоном

значению) из их соотношения определяется показатель — коэффициент стоячей волны S . По величине показателя S , который всегда больше или равен единице, рассчитывали α при нормальном (перпендикулярном поверхности) падении звуковой волны:

$$\alpha = \frac{4S}{S^2 + 2S + 1}.$$

Данный метод измерения стандартизован и описан в международном стандарте ISO 10534-1:1996 «Акустика — определение коэффициента звукопоглощения и акустического импеданса в импедансных трубках — часть 1: метод с использованием коэффициента стоячей волны». В соответствии с требованием стандарта используемая в работе импедансная труба представляет собой прямую жесткую металлическую трубу цилиндрической формы с громкоговорителем на одном конце и держателем образца на другом. Стоячая волна в трубе образуется при распространении излучаемой плоской звуковой волны и отраженной от образца. При этом величина звукопоглощения как функция частоты звука соответствует условию перпендикулярного падения звука на поверхность.

Выбранный метод передвижного микрофона требует отдельных измерений на каждой интересующей частоте. Однако данный метод позволяет с высокой точностью определять показатель стоячей волны и исключить проблему разброса фазовых характеристик при использовании двух неподвижных микрофонов, что позволяет с высокой точностью располагать микрофон для каждой интересующей частоты. Это дает значительное преимущество при необходимости исследовать материалы с низким коэффициентом звукопоглощения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Измерения скорости ультразвука проведены в качестве контрольной меры с целью подтвердить различие в плотности изготовленных серий образцов (рис. 2). Наименьшие значения V установлены на образцах типа А, изготовленных без использования дефлокулянтов и дисперсных реактивных добавок. Средняя плотность образцов типа А составила $\sim 1950 \text{ кг/м}^3$. Структура таких образцов более пористая, менее прочная и подвержена разрушению под действием термических циклов. Критическое значение V , соответствующее значительному крошению и отколам, для образцов А

составило $\sim 1670 \text{ м/с}$ (после 15 циклов). Наиболее высокие значения V после такого же количества циклов установлены на образцах С, изготовленных с применением наибольшего количества микрокремнезема, реактивных дисперсных добавок и дефлокулянтов двух типов (FS20, NT). Расход воды для образцов С был на 38 % меньше, чем для типа А. Соответственно, были получены образцы с более плотной и прочной структурой (средняя плотность $\sim 2300 \text{ кг/м}^3$). Образцы В (средняя плотность $\sim 2050 \text{ кг/м}^3$), изготовленные с использованием среднего количества добавок, показали промежуточные значения V . Таким образом, на всех этапах исследования (после твердения, сушки, обжига и термических циклов) более высокие значения V соответствовали образцам с более высокой начальной плотностью. Наиболее резкое падение V зафиксировано для всех образцов после обжига. Далее, при применении первых термических циклов (трех — для образцов А и В, семи — для образцов С), наблюдается менее резкое падение V , связанное с накоплением дефектов в структуре, после чего значения V для всех образцов находятся на примерно постоянном уровне и даже с небольшим приростом, что может быть связано с определенным эффектом самозаживления трещин, вызванным повторной гидратацией минералов цемента при погружении в воду [11], на данном этапе циклирования. Следующий этап увеличения количества дефектов структуры и связанное с ним падение V для образцов А наступают уже после 7 циклов, для образцов В — после 11, в то время как для С постоянное значение V удерживается и после 15 циклов и составляет 3125 м/с , что почти в два раза больше, чем для образцов А, и на 17 % больше, чем для образцов В, после такого же числа циклов.

Для всех трех материалов наблюдается монотонный рост α при увеличении числа термических циклов (рис. 3). При этом на начальной стадии эксперимента (до термического циклирования) существенной разницы в значениях α не установлено, для всех образцов α составил $\sim 0,01\text{--}0,03$ в зависимости от частоты используемого при измерениях сигнала. При термическом циклировании более интенсивный рост α наблюдался на менее

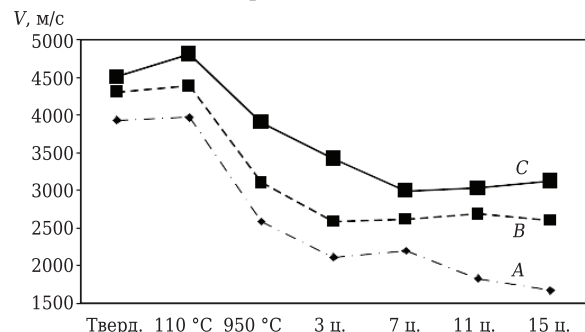
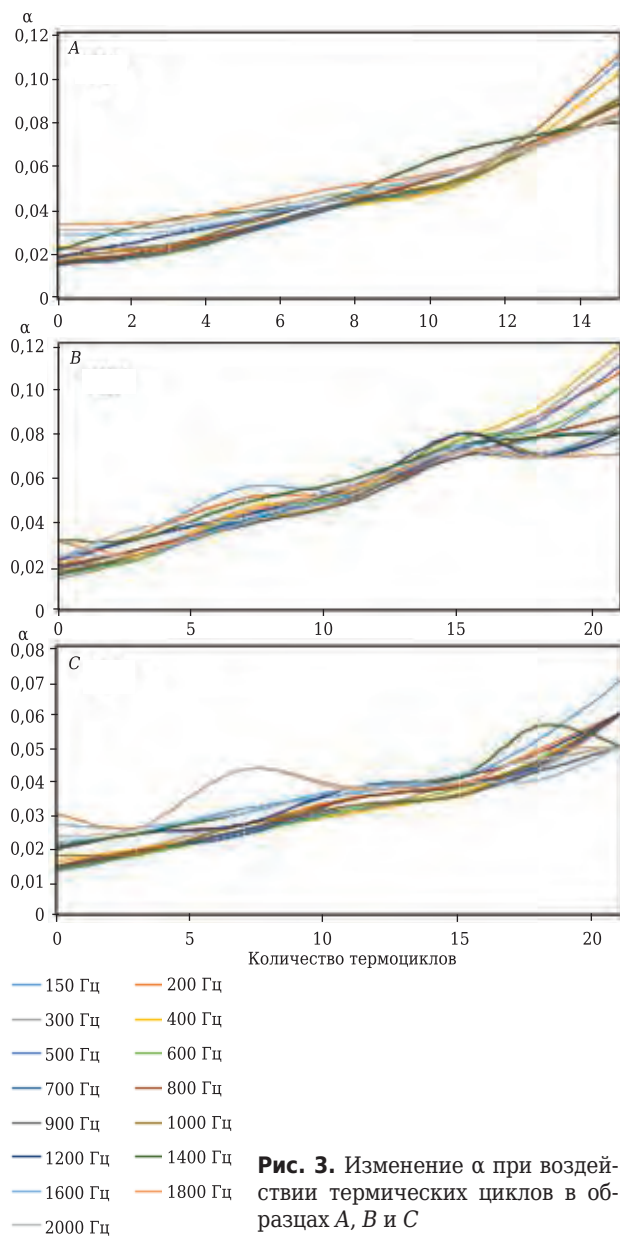


Рис. 2. Изменение скорости ультразвука V в образцах (указаны на кривых) при воздействии термических циклов



плотных и модифицированных образцах типа А, подверженных более скорому разрушению: после 15 циклов, когда в образцах А были замечены значительное крошение и отколы, α составил 0,08–0,11 (для разных частот). Для более плотных образцов В такое же максимальное значение $\alpha = 0,11$ было достигнуто лишь после 21 цикла. При этом для образцов С максимальное значение α после 21 цикла составило лишь 0,07. Для сопоставления: максимальные значения α после 15 и 21 цикла показаны на рис. 4.

Для одного и того же образца значение α колеблется в определенном интервале в зависимости от частоты звука (рис. 5). При этом все исследуемые материалы более чувствительны к звуку более низких частот: при частоте звука до ~600 Гц общий диапазон α , который покрывают кривые, шире, чем диапазон, соответствующий более высоким частотам. В этом же диапазоне частот

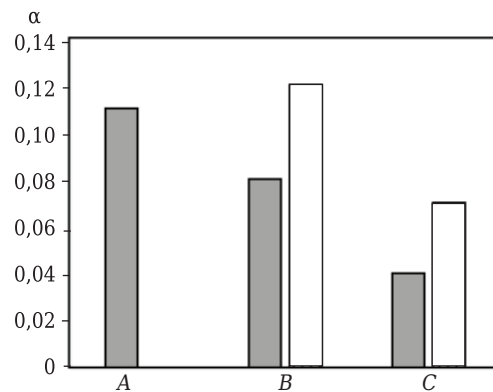


Рис. 4. Коэффициент поглощения звука после 15 (■) и 21 (□) циклов (максимальные значения)

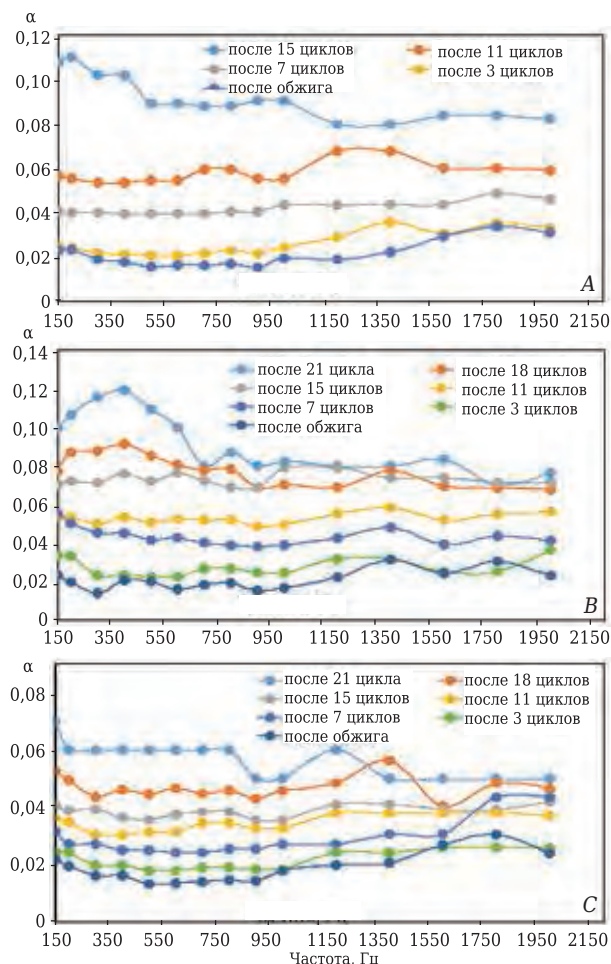


Рис. 5. Коэффициент поглощения звука в зависимости от частоты в образцах А, В и С

(150–600 Гц) для большинства кривых характерно достаточно постоянное значение α , меньше колеблющееся при изменении частоты звука. Учитывая это, дальнейший статистический анализ и составление уравнений регрессии были проведены с использованием данных, соответствующих диапазону частот 150–600 Гц.

Общий вид образцов после соответствующего числа циклов показан на рис. 6. Наибольшие разрушения были установлены на образцах А:

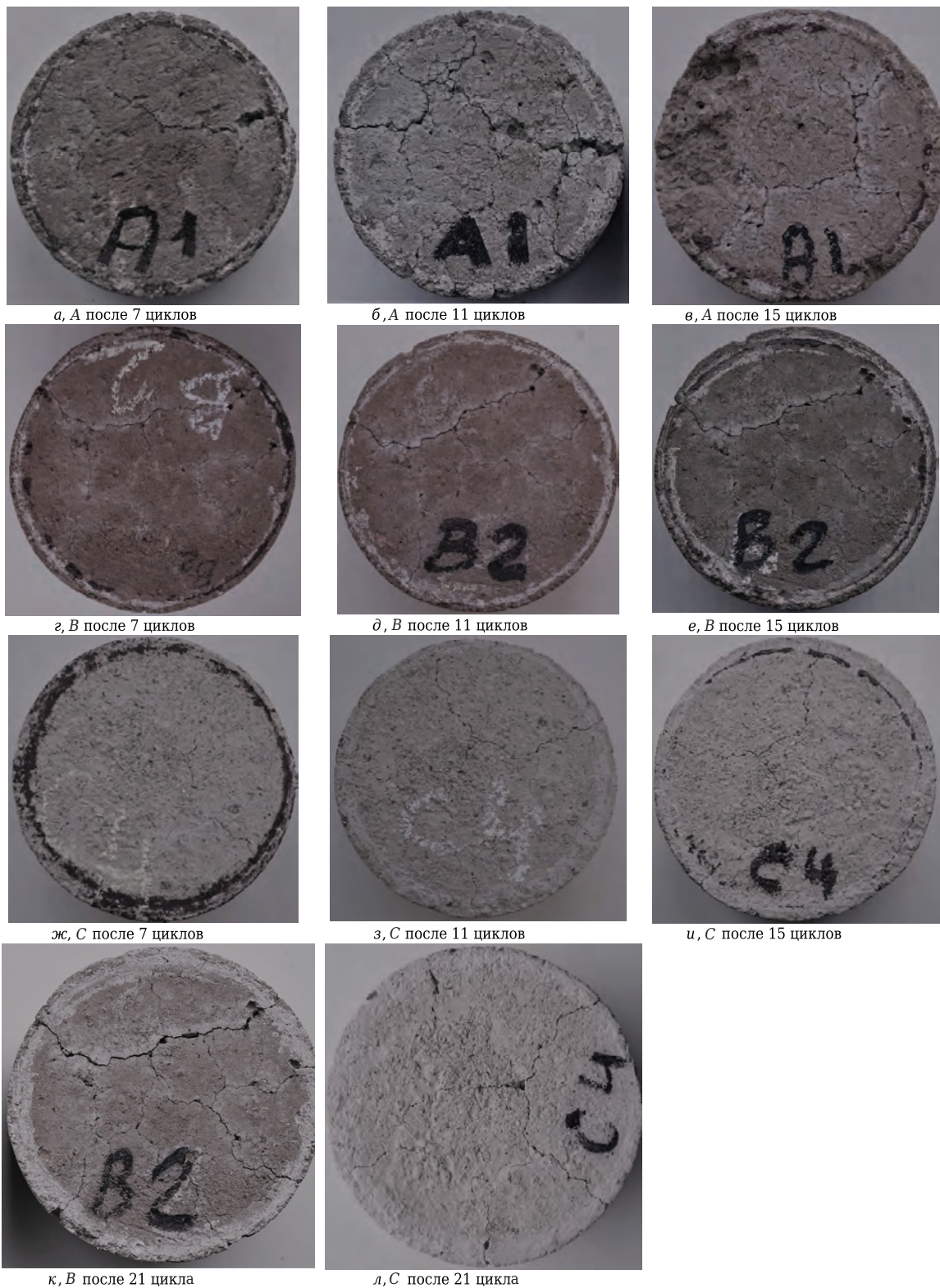


Рис. 6. Общий вид образцов после соответствующего числа циклов

Таблица 2. Уравнения регрессии и коэффициенты детерминации

Состав образцов	Плотность, г/см ³	Уравнение регрессии	Коэффициент детерминации	Критическое количество циклов N , рассчитанное по уравнению, принимая $\alpha_{кр} = 0,09$ (примеры)
А	~1950	$N = 169,9\alpha_{кр} - 0,616$	0,861	15
В	~2050	$N = 232,4\alpha_{кр} - 2,895$	0,965	18
С	~2300	$N = 470,2\alpha_{кр} - 5,610$	0,941	37

на рис. 6, б видно, что значительные трещины на поверхности образца появились уже после 11 циклов. После 15 циклов наблюдались глубокие трещины и значительные отколы, свидетельствующие о начале интенсивного разрушения материала, при котором дальнейшая эксплуатация изделия невозможна. Среднее значение α по данным, полученным для этого состояния образца с использованием звука в диапазоне 150–600 Гц, составило $\sim 0,1$. Такое же среднее значение α (для частоты 150–600 Гц), соответствующее началу критических разрушений материала, было установлено для образцов состава В. Глубокие критические трещины были обнаружены на этих образцах после 21 цикла (см. рис. 6, к). Для образцов состава С после 21 цикла среднее значение α (для частоты 150–600 Гц) составило $\sim 0,07$. При этом значительных повреждений материала (глубоких трещин, отколов) не было обнаружено (см. рис. 6, л). Таким образом, критическому состоянию материала соответствует определенное значение α , которое условно можно назвать критическим. На основании сопоставления состояния исследуемых образцов и установленных значений α для материалов $\alpha_{кр}$ можно принять равным 0,09–0,1.

В табл. 2 представлены уравнения регрессии, полученные для интервала частот 150–600 Гц. Уравнения составлены отдельно для каждого типа образцов. Согласно уравнениям, наибольшее количество циклов выдержит материал состава С. Достаточно высокие коэффициенты детерминации (0,861–0,965) свидетельствуют о том, что между α и количеством циклов существует тесная связь, а выбранная

упрощенная линейная модель достаточно хорошо ее описывает. Таким образом, метод измерения α может быть использован для прогнозирования долговечности жаростойких бетонов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показана возможность использования метода измерения коэффициента поглощения звука α для прогнозирования термостойкости и долговечности жаростойких материалов. На различных стадиях термоциклирования образцов выполнены измерения скорости распространения ультразвука V и коэффициента поглощения звука α . Полученные кривые зависимостей показывают тесную связь между количеством термических циклов, обуславливающих степень деградации материала, и обоими показателями α и V . Таким образом, оба параметра могут быть использованы в качестве косвенной характеристики для оценки уровня разрушений материала.

В работе установлены примерные критические значения $\alpha \approx 0,1$ и $V \approx 1700$ м/с, которые соответствуют значительному разрушению материала, при котором дальнейшая эксплуатация изделия невозможна. Также получены первичные уравнения регрессии, которые могут быть использованы для прогнозирования термической стойкости жаростойких материалов и установления их остаточного ресурса.

Работа выполнена при финансовой поддержке Литовского совета по науке (LMTLT) в рамках договора № S-MIP-19-41.

Библиографический список

1. **Damhof, F.** Experimental analysis of the evolution of thermal shock damage using transit time measurement of ultrasonic waves / F. Damhof, W. A. M. Brekelmans, M. G. D. Geers // J. Eur. Ceram. Soc. — 2009. — Vol. 29. — P. 1309–1322.
2. **Soboyejo, W. O.** Investigation of thermal shock in a hightemperature refractory ceramic: a fracture mechanics approach / W. O. Soboyejo, C. Mercer // J. Am. Ceram. Soc. — 2001. — Vol. 84, № 6. — P. 1309–1314.
3. **Geck, H. G.** Kammerofen zur betriebsnahen Prüfung der Temperaturwechselbeständigkeit feuerfester Steine / H. G. Geck, H. J. Langhammer, A. Chakraborty // Stahl und Eisen. — 1973. — Vol. 93, № 21. — P. 967–976.
4. **Aggelis, D. G.** Acoustic emission for fatigue damage characterization in metal plates / D. G. Aggelis, E. Z. Kordatos, T. E. Matikas // Mech. Res. Commun. — 2011. — Vol. 38. — P. 106–110.
5. **Ohtsu, M.** Quantitative AE techniques standardized for concrete structures / M. Ohtsu // Adv. Mater. Res. — 2006. — Vol. 13/14. — P. 183–192.
6. **Zhang, Z.** Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymers foam concrete / Z. Zhang, J. L. Provis, A. Reid, H. Wang // Cem. Concr. Compos. — 2015. — Vol. 62. — P. 97–105.
7. **Verstrynge, E.** Monitoring of crack growth in masonry with acoustic emission and fibre optic sensors / E. Verstrynge, M. Wevers // Proceedings of IIIAE, Kyoto, Japan. — 2016. — P. 129–134.
8. **Briche, G.** Investigation of the damage behaviour of refractory model materials at high temperature by combined pulse echography and acoustic emission techniques / G. Briche, N. Tessier-Doyen, M. Huger, T. Chotard // J. Eur. Ceram. Soc. — 2008. — Vol. 28. — P. 2835–2843.
9. **Andreev, K.** Acoustic emission based damage limits and their correlation with fatigue resistance of refractory masonry / K. Andreev, N. Shetty, E. Verstrynge // Constr. Build. Mater. — 2018. — Vol. 165. — P. 639–646.
10. **Briche, G.** Investigation of the damage behaviour of refractory model materials at high temperature by combined pulse echography and acoustic emission techniques / G. Briche, N. Tessier-Doyen, M. Huger, T. Chotard // J. Eur. Ceram. Soc. — 2008. — Vol. 28. — P. 2835–2843.
11. **Antonovič, V.** Procedural elements in estimation of the thermal shock resistance of different types of refractory concrete based on chamotte filler / V. Antonovič, M. Šukšta, I. Pundienė, R. Stonys // Refract. Ind. Ceram. — 2011. — Vol. 52. — P. 70–74. ■

Получено 24.09.20

© Р. Стонис, А. Ягнятинскис,
Ю. Малайшкене, Е. Шкамайт, В. Антонович,
А. Корякин, А. Куджма, 2020 г.