

**И.И. Айнбиндер, Ю.И. Родионов, В.В. Аршавский,
В.И. Хуцишвили**

**ИЗУЧЕНИЕ ПРИЧИН РАЗРУШЕНИЯ ОБРАЗЦОВ
ЗАКЛАДОЧНОГО КАМНЯ СФОРМИРОВАННОГО
ИЗ СМЕСЕЙ НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДНЫХ
ХВОСТОВ ОБОГАЩЕНИЯ**

Приведены результаты исследований закладочных смесей на основе сульфидных хвостов обогащения. Определена зависимость набора прочности образцами закладки от их удельной поверхности. Выявлены причины разрушения образцов закладки на основе сульфидных хвостов обогащения.

Ключевые слова: закладка, сульфидные хвосты обогащения, масштабный эффект, удельная поверхность образца, кинетика набора прочности образцами закладки, коэффициент формы, морфологический анализ, гидрогранаты, гидрооксиды кальция.

В начале XXI века на Норильском комбинате внедрена технология обогащения шихты богатых и медистых руд Талнаха по селективно-коллективно-селективной схеме (СКС) с выделением породной части хвостов. Это позволило рассмотреть возможность их применения в качестве наполнителя в закладочных смесях.

Выполненный анализ свидетельствует о высокой экономической эффективности перехода на рудниках Талнаха на новую технологию ведения закладочных работ. Использование текущих породных хвостов обогащения в закладочных смесях позволит добиться существенного снижения капитальных вложений в развитие взаимосвязанных производств.

Породные хвосты для закладки выделяются из шихты богатых руд рудников Талнаха и медистых руд рудника «Октябрьский», а также из смеси медистых и вкрапленных руд рудника «Комсомольский». Хвосты Талнахской обогатительной фабрики

(ТОФ), предназначенные для приготовления закладочных смесей, требуют предварительного обесшламливания. Удаление тонких фракций (менее 10 мкм) из хвостов, позволит получить материал с минимальным содержанием ценных компонентов.

Работы по созданию закладочных составов на основе хвостов обогащения начались сразу после получения положительного заключения на возможность их утилизации. Вещественный состав испытываемых обесшламленных хвостов представлен в табл. 1.

Закладочные смеси готовили совместным помолом и перемешиванием в лабораторной мельнице гранулированного шлака (Ш), хвостов (Х) и цемента (Ц). При этом выдерживали условие $Ш + Х = 1400 \text{ кг/м}^3$, Ц меняли от 120 до 250 кг/м^3 . Данные удельные расходы материалов были подобраны серией предварительных опробований опытных составов исходя из условия получения требуемой кинетики твердения в ранние сроки

Таблица 1
Вещественный состав обесшламленных породных хвостов ТОФ

Содержание компонентов в обесшламленных породных хвостах	
Наименование компонента, размерность	Содержание
Никель, %	0,26
Кобальт, %	0,025
Медь, %	0,10
сера, %	17,75
железо, %	22,67
Оксиды: %	
кремния,	19,23
кальция,	5,78
магния,	4,04
алюминия	5,72
натрия	0,63
калия	0,80
минералы, %	
халькопирит	0,84
пентландит	1,77
пирротин	34,94
магнетит	8,59
порода	53,88

(3 и 7 суток) и удовлетворительной консистенции свежеприготовленного раствора, которая оценивалась по диаметру и форме расплыва смеси заданного объёма, получаемого с помощью кольца – конуса МХТИ либо цилиндра Сутгарда. Свежеприготовленным раствором заполняли либо пластиковые стаканчики диаметром в основании 64мм и высотой 75 мм, либо ёмкости кубической формы с размером ребра 100 мм, образованные металлическими прямоугольными пластинами, используемыми в качестве опалубки. Извлечение образцов из форм производили на третьи сутки твердения.

Анализ результатов лабораторных исследований во временном диапазоне от 3 до 180 суток показал, что ки-

нетика твердения опытных образцов неоднозначна. Все образцы хорошо набирали прочность в первые 90 суток, но в последующем темпы её роста замедлялись, а иногда наблюдалось и снижение прочности после 90-суток, вплоть до саморазрушения образцов (рис. 1-4).

Разрушались в основном образцы, формованные в пластиковых стаканчиках, при этом часть из них разрушалась полностью. В некоторых случаях частично теряли прочность образцы кубической ($V = 1\text{дм}^3$) формы. Механизм этого явления до конца был не ясен. Первоначально предполагалось, что причиной потери прочности является сульфидная коррозия, обусловленная большим количеством серы в хвостах (17,75%), см. табл. 1.

Для проверки этого предположения был проведен рентгеноструктурный анализ элементов разрушенной части образцов на установке «Дрон» на предмет наличия в них эттрингита и других продуктов гипсовой коррозии. Однако, никаких следов эттрингита в разрушенном материале образцов обнаружено не было. Причины снижения прочности опытных образцов в поздние сроки твердения (более 90 суток) оставались не выясненными.

Для выявления причин разрушения отдельных образцов закладки на основе сульфидных хвостов обогащения был проведен комплекс исследований, включающий химический анализ образцов, петрографический анализ прозрачных шлифов, электронно-микроскопические исследования сколов, рентгенографический анализ фазового состава и термографический анализ.

В ходе исследовательских работ отмечено, что хвосты ТОФ имеют нестабильный состав. Наиболее сильно варьируется содержание серы. При длительном стоянии разных партий

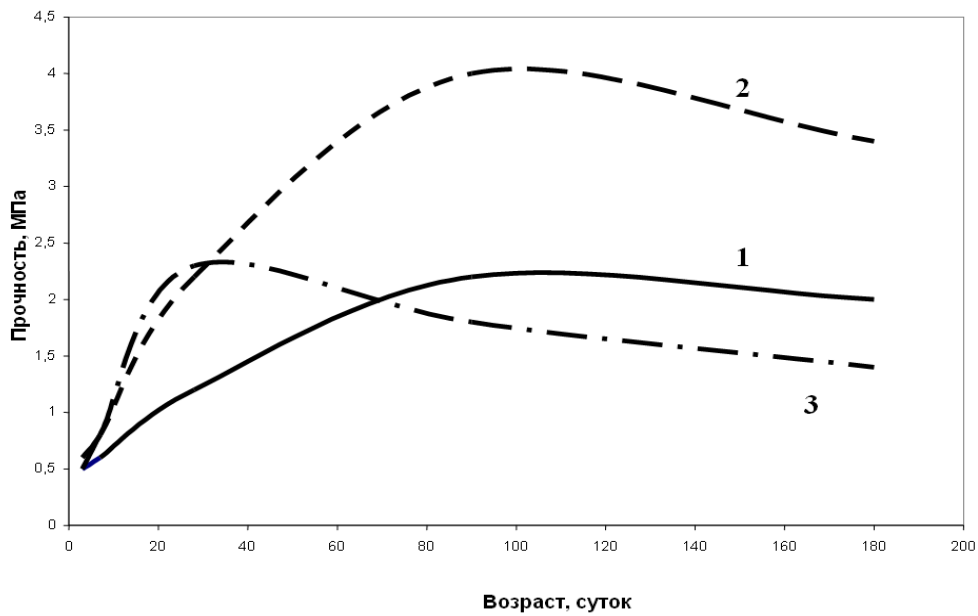


Рис. 1. Кинетика набора прочности при расходе цемента 150 кг: 1 – без домола; 2 – домол 10 мин; 3 – домол 20 мин.

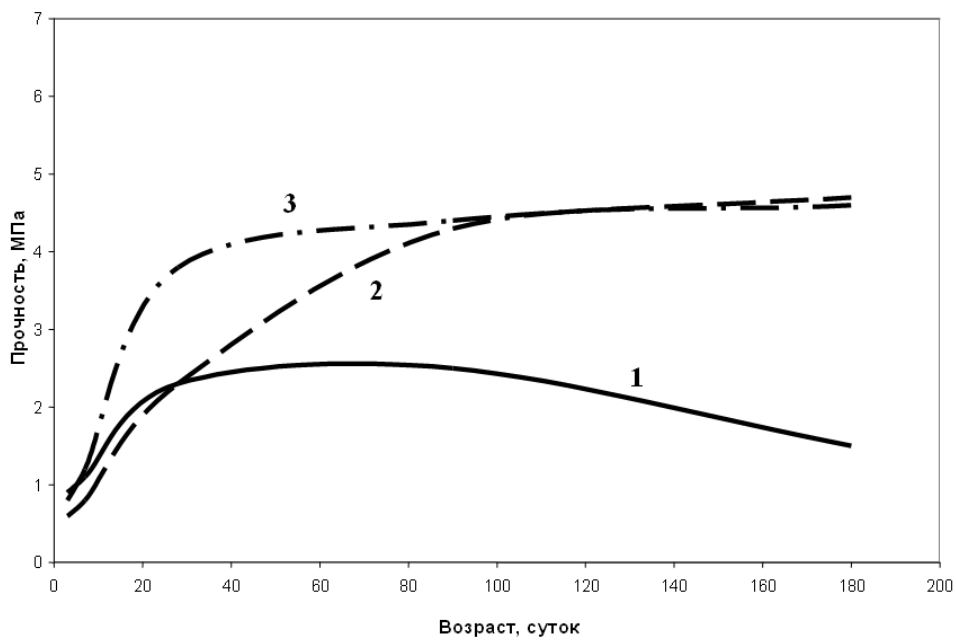


Рис. 2. Кинетика набора прочности при расходе цемента 180 кг: 1 – без домола; 2 – домол 10 мин; 3 – домол 20 мин.

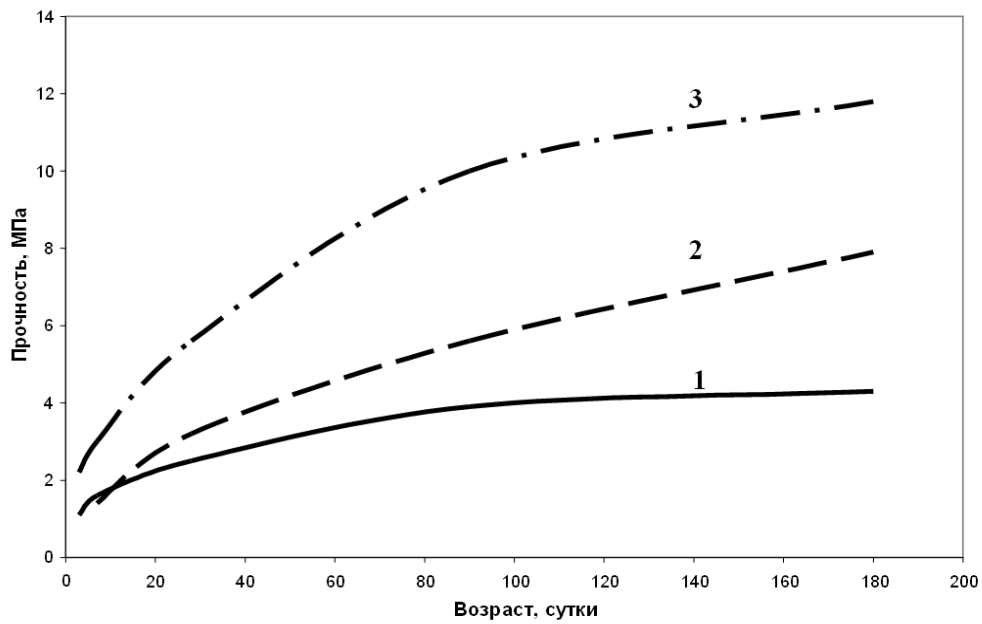


Рис. 3. Кинетика набора прочности при расходе цемента 210 кг: 1 – без домол; 2 – домол 10 мин; 3 – домол 20 мин.

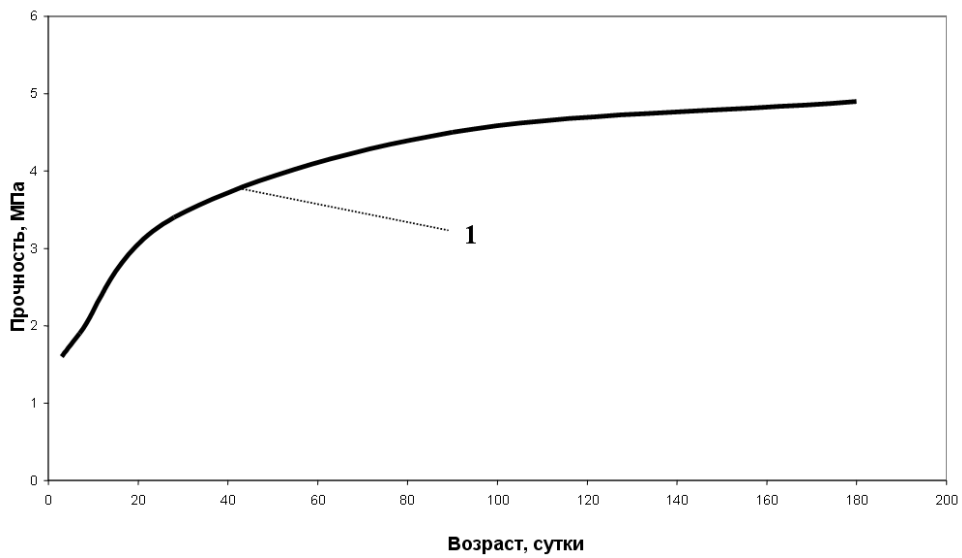


Рис. 4. Кинетика набора прочности при расходе цемента 260 кг: 1 – без домол

хвостов оседание твердых частиц происходит с разной скоростью, а получаемый осадок имеет различную плотность. Возможно, именно этим объясняется разброс данных по показателям прочности в отдельных образцах. Особенно это заметно в образцах с низким содержанием цемента.

На первом этапе были изучены исследовательские работы проведенные различными организациями, занимающимися проблемой использования норильских хвостов. Рассматривались формы емкостей, в которые заливались исследуемые составы и физико-механические характеристики образцов закладки на основе хвостов ТОФ. В результате выяснилось, что этими смесями заливались всего четыре вида форм (см. табл. 2.): цилиндры высотой 200 мм и диаметром 100 мм, усеченный конус высотой 75 мм с диаметром в основании 64 мм (пластиковые стаканчики), а также кубы и призмы размерами 100x100x100 мм и 300x300x200 мм, соответственно.

Выбор пластиковых стаканчиков в качестве формы для заливки образцов на ранних этапах исследовательских работ обусловлен тем, что при их использовании не требуется большого объема исходных материалов, что крайне удобно в лабораторных условиях. Кроме того малые формы позволяют оперативно варьировать исходными ингредиентами испытываемых составов, а также проводить большое количество механических испытаний.

Анализ результатов кинетики набора прочности в образцах исследуемых закладочных составов позволил выяснить, что в зависимости от формы образца изменяются показатели набора их прочности во времени. Так, например, закладочный камень в образцах конусообразной формы в первые два-три месяца набирает

прочность с такой же скоростью, как в остальных формах. Впоследствии, начиная с 80-90 суток со времени заливки, в значительном количестве конусов развиваются субгоризонтальные трещины, которые с течением времени продолжают развиваться и в период от 180 до 360 суток часто приводят к полному разрушению образцов.

Для изучения характера влияния формы образца на его прочность нами был введен показатель удельной поверхности $S_{уд}$ изучаемого объекта.

$$S_{уд} = \frac{S}{V}, \text{ м}^{-1}$$

где S – площадь поверхности изучаемого объекта (образца), м^2 ; V – объем объекта (образца), м^3 .

В табл. 2 приведены значения удельной поверхности образцов в зависимости от их формы и показатели набора прочности за период до 360 суток.

Как видно из таблицы характер набора прочности образцов напрямую зависит от их формы. При прочих равных условиях соблюдается следующая зависимость, чем меньше удельная поверхность исследуемого массива, тем выше его прочность.

На рис. 5 приведен график, характеризующий изменение прочности образцов после контрольного срока в 90 суток, являющегося переломным в поведении образцов независимо от их формы, до одного года (360 суток) – условно предельного срока, принятого по технологическим соображениям.

Из графика видно, что прочность и форма образцов находятся в линейной зависимости, которая может быть выражена через коэффициент формы (K_{ϕ}):

$$\sigma_{360^{\circ}} = K_{\phi} \cdot \sigma_{90^{\circ}}$$

Таблица 2

Результаты испытаний образцов ШХЦ (Ш-600, Х-800, Ц-170) различных форм и размеров

Форма и размер образца, мм	Удельная поверхность $S_{уд}, м^{-1}$	Прочность в контрольные сроки испытаний, МПа			
		28 суток	90 суток	180 суток	360 суток
1. Усеченный конус (стаканчик) h=75, d=64,	89,2	1,0	3,7	3,1	1,8
2. Кубик 100x100x100	60	1,4	4,6	3,3	3,2
3. Цилиндр h=200, d=100	50	2,9	6,8	5,3	5,3
4. Призма 300x300x200	23,3		5,4	5,4	5,6
Очистная лента	0,5		6,5*		более 7,0*

*.-.прогнозная оценка

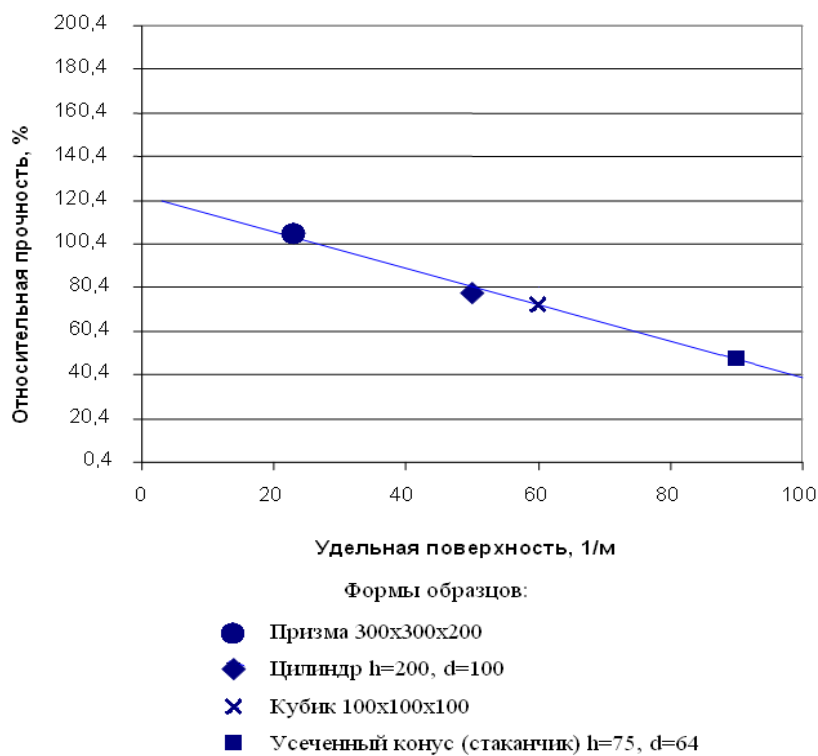


Рис. 5. Изменение прочности образцов в зависимости от удельной поверхности

где σ_{90} - прочность образца в возрасте 90 сут, МПа; σ_{360} - прочность образца в возрасте 360 сут, МПа.

В свою очередь коэффициент формы рассчитывается по формуле

$$K_{\phi} = \frac{122,37 - 0,833 \cdot S_{\text{уд}}}{100}$$

При уменьшении удельной поверхности рассматриваемого образца (увеличении объема закладываемого выработанного пространства) второй член формулы стремится к нулю, т.е. максимальное значение коэффициента формы (K_{ϕ}) не должно превышать 1,22.

Исходя из графика на рис. 5, можно предположить, что при соблюдении рецептурного состава и технологического процесса приготовления закладочной смеси, прочность создаваемого в выработанном пространстве искусственного массива будет на 20-22% выше, чем в лабораторных образцах. Из литературных источников известен пример полиметаллического рудника «Блэк Маунтин» (ЮАР) [1], где разница в прочности закладки в массиве и образцах составляла 20%. Данное явление в промышленности получило название масштабного фактора.

По данным Ю.М. Бутта и Л.Н. Рашкевича, при повышенных температуре и давлении в смесях трехкальциевого алюмината с молотым кварцем или другими кремнеземистыми материалами, образуются алюминий-замещенный тоберморит и гидрогранаты с общей формулой $3\text{CaO} \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot x\text{SiO}_2 \cdot (6-2x) \cdot \text{H}_2\text{O}$, а также алюминийзамещенный гидросиликат типа CSH. [2]. При взаимодействии стекла с водой обычно образуются твердые растворы C_3AH_6 и C_3FH_6 , а также гидрогранаты. Эти новообразования исключают возможность разрушения бетона за счет гипсовой и алюмоси-

ликатной коррозии. Можно предположить, что при больших объемах закладочных работ и увеличении температуры и давления в ее массиве происходят именно процессы замещения алюминия, что приводит к возрастанию прочности закладки.

Как видно из приведенных таблиц и графиков, влияние масштабного фактора и формы заливаемых образцов, на прочность закладочного камня очевидно, но оно не является приоритетным для объяснения причин потери прочности образцами закладки во времени. Поэтому дальнейшие исследования были направлены на изучения влияния количества цемента на процессы происходящие при твердении закладочных составов на основе сульфидных хвостов обогащения.

В ходе лабораторных работ были получены следующие результаты:

1. При расходе цемента до 50 кг

Цемент ведет себя как ПАВ не позволяющее образовываться кластерным структурам. Образцы представляли собой рыхлую несвязанную массу за все время наблюдения.

2. При расходе цемента до 100 кг

Образцы смесей шлако-цементно-хвостового состава (ШХЦ) расслаиваются и со временем (90-120 суток) теряют прочность.

3. При расходе цемента до 150 кг

При добавлении цемента от 100 кг до 150 кг образцы закладки ведут себя нестабильно в плане динамики набора прочности, часть из них разваливается в период от 120 до 180 суток.

4. При добавлении цемента в количестве 160-180 кг темпы твердения опытных образцов закладки соответствовали требованиям, предъявляемым нормативными документами для низкомарочных составов. Снижение прочности во временном отрезке от

90 до 360 суток наблюдалось на образцах с удельной поверхностью более 60 м^{-1} .

По методике морфологического анализа был проведен расчет теоретической смеси состава: 170 кг цемента, 800 кг породных хвостов и 600 кг шлака. Было установлено, что в процессе гидратации цемента его частицы облепляются породным шлаком. Образуются структуры, которые соединяются между собой с помощью гидроксидов (преимущественно силикатов и алюминатов) кальция. При потере образцами воды (усушка) эти связи теряют прочность. Образцы небольшого размера теряют воду быстрее и поэтому разваливаются раньше.

Другой возможной причиной разрушения исследуемых образцов являются остаточные внутренние напряжения, образовавшиеся в массиве образца на заключительной стадии формирования кристаллической решетки. Но величина этих напряжений очевидно невелика, так как теряют прочность и разваливаются образцы небольших размеров, имеющие удельную поверхность более 60 м^{-1} . Образцы с удельной поверхностью от 30 до 60 м^{-1} незначительно теряют прочность, и лишь на образцах с удельной поверхностью менее 30 м^{-1} масштабный фактор не сказывается.

Таким образом, с учетом действия масштабного фактора можно ожидать, что закладочная смесь ШХЦ состоящая из 170 кг цемента (марки ПЦ300Д20 по ГОСТ 10178), 600 кг шлака никелевого завода (молотого до крупности -600 мкм), 800 кг классифицированных хвостов и 450 л воды в крупных искусственных массивах может набрать прочность более 6 МПа без применения флегматизирующих добавок.

Выводы

1. При работе с различными формами образцов закладки на основе смесей ШХЦ выявлен ярко выраженный масштабный эффект, заключающийся в том, что образцы малых размеров с большой удельной поверхностью ($S_{уд}$ более 60 м^{-1}) с течением времени частично или полностью теряют набранную к 90 суткам прочность. Без изменения прочности ведут себя образцы с $S_{уд}=30\text{ м}^{-1}$. (стандартные образцы размерами $200\times 200\times 200\text{ мм}$).

Дальнейшее уменьшение удельной поверхности ведет к увеличению прочности цементного камня. Так закладочный массив в очистной ленте ($8\times 8\times 120\text{ м}$) при $S_{уд}=0,5\text{ м}^{-1}$, в случае соблюдения технологии закладочных работ, может иметь прочность на 20% выше, чем образец размером $200\times 200\times 200\text{ мм}$.

2. В ходе проведенных исследований определены возможные причины снижения прочности (в период от 90 до 360 суток) образцами закладки на основе сульфидных хвостов с удельной поверхностью более 60 м^{-1} . К ним относятся: внутренние напряжения, образовавшиеся в закладочном камне на заключительной стадии формирования кристаллической решетки, недостаточные температура и давление при твердении в маломерных емкостях, а также ослабление межструктурных связей из-за разрушения гидроксидов (преимущественно силикатов и алюминатов) кальция при потере образцами воды (усушка).

3. Цемент, в зависимости от его количества, в составе закладочных смесей на основе сульфидных хвостовых обогатительного производства и металлургических шлаков может проявлять как деструктурирующие (50 кг/м^3), так и вяжущие ($более\ 100\text{ кг/м}^3$) свойства.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Дж.Росс-Вотт Д.А. «Опыт выемки целиков между заложёнными камерами при разработке руд с отбойкой взрывными скважинами» в кн. Разработка месторождений с закладкой. – М.: Мир, 1987. – С. 158-200.
2. Дж.Д.Смит, К.Л. Де Йонг, Р.Дж.Митчелл. «Крупномасштабное моделирование по определению необходимой прочности закладочного массива в связи с отработкой целиков на руднике Блэк-Маунтин» в кн. Разработка месторождений с закладкой. – М.: Мир, 1987. – С. 424-443.
3. Волженский А.В., Буров Ю.С., Колокольников В.С. Минеральные вяжущие вещества. – М.: Стройиздат, 1979. **ГЛАВ**

Коротко об авторах

Айнбиндер И.И. – доктор технических наук, заведующий лабораторией УРАН ИПКОН РАН, тел. (495) 3601726,
Родионов Ю.И. – научный сотрудник УРАН ИПКОН РАН,
Аршавский В.В. – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник УРАН ИПКОН РАН,
Хуцишвили В.И. – старший научный сотрудник ОАО «Научно-исследовательский институт горной геомеханики и маркшейдерского дела – межотраслевой научный центр – ВНИМИ», e-mail: hutcishvili@yandex.ru



ДИССЕРТАЦИИ

ТЕКУЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ О ЗАЩИТАХ ДИССЕРТАЦИЙ ПО ГОРНОМУ ДЕЛУ И СМЕЖНЫМ ВОПРОСАМ

Автор	Название работы	Специальность	Ученая степень
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ГОРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ			
ФИЛИН Александр Эдуардович	Научное обоснование разработки средств ликвидации скоплений газа в горных выработках методом пульсирующей вентиляции	05.26.02	д.т.н.
ЯКУБОВИЧ Анатолий Николаевич	Геомоделирование процессов самовосстановления горнопромышленных территорий Крайнего Северо-Востока России	25.00.35	д.т.н.