

УДК 622.023:534.08

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ХАРАКТЕРНЫХ РАЗМЕРОВ ЗЕРЕН ЛАБОРАТОРНЫХ ОБРАЗЦОВ ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ ШИРОКОПОЛОСНОЙ ОПТИКО-АКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

© 2024 г. Н. Б. Подымова^{1,2, *}, А. В. Пономарев², П. А. Казначеев²,
Т. Э. Багдасарян², М. А. Матвеев², Г. С. Индаков^{1,2}

¹Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
физический факультет, г. Москва, Россия

²Институт физики Земли им. О.Ю. Шмидта РАН, г. Москва, Россия

*E-mail: npodyмова@mail.ru

Поступила в редакцию 10.05.2024 г.

После доработки 19.05.2024 г.

Принята к публикации 18.06.2024 г.

В настоящей работе предложена и экспериментально реализована методика количественной оценки характерных размеров зерен лабораторных образцов горных пород с использованием частотных зависимостей коэффициента затухания продольных ультразвуковых волн в образцах. Эти зависимости измеряются с использованием широкополосной оптико-акустической спектроскопии с лазерным источником ультразвука и пьезоэлектрической регистрацией наносекундных ультразвуковых импульсов в рабочем диапазоне частот 1–70 МГц. На примере пяти образцов метапесчаников зонально метаморфизованной ладожской серии палеопротерозоя Балтийского щита, претерпевших разную степень структурно-текстурных преобразований в процессе древнего метаморфизма, показана возможность применения теоретической модели рассеяния ультразвука в однофазных поликристаллических материалах для количественной оценки максимального и среднего размеров зерен в гетерофазных горных породах. Достоверность данных, полученных с использованием широкополосной оптико-акустической спектроскопии, впервые подтверждена независимым методом сканирующей электронной микроскопии аншлифов поверхностей всех образцов. Отдельно проведена оценка среднего и максимального размеров зерен с помощью традиционного метода пересечения линий по анализу оптических микрофотографий шлифов для двух выбранных образцов, которая тоже показала хорошее согласие с данными акустической спектроскопии. Предложенный метод широкополосной оптико-акустической спектроскопии для оценки характерных размеров зерен лабораторных образцов горных пород может использоваться для анализа возможной взаимосвязи между их структурными особенностями и термобарическими условиями формирования.

Ключевые слова: широкополосная оптико-акустическая спектроскопия, продольные ультразвуковые волны, коэффициент затухания, метапесчаники, максимальный и средний размер зерна, сканирующая электронная микроскопия, оптическая микроскопия.

DOI: <https://doi.org/10.31857/S0002333724060063>, **EDN:** RGKEOK

ВВЕДЕНИЕ

Горные породы с точки зрения своего вещественно-минерального состава и структуры являются существенно гетерогенными поликристаллическими материалами. Необходимость исследования разномасштабных структурных неоднородностей горных пород обусловлена связью их прочностных свойств

и деформационной стабильности с характерными размерами зерен (кристаллитов) различных минералов, формирующих горные породы [Schön, 2011; Baud et al., 2014; Жуков, Кузьмин, 2022; Zhang et al., 2020]. Выявление закономерностей микро- и макроразрушения горных пород различной зернистости является актуальной задачей при разработке моделей возникновения в них очагов разрушения под действием

различных внешних нагрузок, при построении численных моделей горных пород для прогноза прочности [Pan et al., 2023; Liu et al., 2023], а также для оценки влияния распределения зерен по размерам на прочностные характеристики при проведении численного геомеханического моделирования [Atapour, Mortazavi, 2018; He, Hayatdavoudi, 2018; He et al., 2019; Peng et al., 2017; Chen et al., 2020]. В экспериментальных геомеханических приложениях целенаправленно исследуется разрушение при разнообразных условиях механического нагружения и разных соотношениях размеров образца и зерен горной породы [Austin, 2003; Han et al., 2021], а также проводятся исследования по выявлению влияния размеров зерен на распространение трещин при гидроразрыве породы [Ishida et al., 2000; Iravani et al., 2020].

Традиционным методом получения детальной информации о размерах и морфологии зерен в образцах горных пород является оптическая микроскопия шлифов (тонких срезов) образцов. Изучение шлифа при разном освещении позволяет оценить цвет, показатель преломления, плеохроизм слагающих минералов, благодаря чему можно наблюдать зерна минералов в виде различных отдельностей. Также используется оптическое микроскопическое изображение аншлифа – полированной поверхности образца горной породы в отраженном свете. Основные сложности при анализе микроизображений горных пород возникают из-за прозрачности многих минералов и низкой контрастности границ зерен. Кроме того, эта методика позволяет “визуализировать” только малую выбранную часть поверхности образца и требует специальных методик обработки двумерных изображений для определения границ зерен и пересчета видимой площади сечения каждого зерна в его объем (см., например, работы [Higgins, 2006; Philpotts, Ague, 2022]).

В настоящее время для изучения объемного распределения структурных особенностей в горных породах широко применяются ультразвуковые методы, основанные на анализе влияния разномасштабных структурных неоднородностей на характер частотных зависимостей коэффициента затухания и скорости ультразвуковых волн различных типов. Результаты многочисленных работ последнего десятилетия показывают высокую эффективность методов измерения скоростей ультразвуковых волн к анизотропии упругих свойств, к возникновению очагов микротрещин и их ориентации при приложении различных нагрузок, а также к степени

насыщения горных пород различными жидкостями (см., например, работы [Никитин и др., 2009; El Azhari, El Hassani, 2013; Жуков, Кузьмин, 2020; Шихова и др., 2022] и имеющиеся там ссылки). Количественная оценка характерных размеров зерен в объеме исследуемых образцов горных пород возможна по анализу частотных зависимостей коэффициента затухания ультразвуковых волн с использованием известных теоретических моделей рассеяния ультразвука [Шкуратник, Ноздрин, 1998; Белов и др., 2003; Sarpun, Kilickaya, 2006]. Возможной трудностью применения таких моделей, детально разработанных для поликристаллических металлов и сплавов [Stanke, Kino, 1984; Weaver, 1990], для проведения количественных оценок характерных размеров зерен в горных породах может стать существенно гетерофазное строение последних. Содержание минеральных зерен произвольной геометрической формы и с различными акустическими свойствами в горных породах может существенным образом влиять на характер рассеяния ультразвука и приводить к отклонениям частотных зависимостей коэффициента затухания ультразвука от теоретически рассчитанных по моделям для однофазных поликристаллических материалов. Однако разработка теоретических моделей рассеяния ультразвуковых волн в гетерофазных материалах не представляется возможной, в частности, в силу необходимости проведения многопараметрических расчетов эффективности рассеяния ультразвуковой волны в зависимости от соотношения ее длины волны и, в общем случае, произвольного размера и формы рассеивателей (зерен или кристаллитов) [Vary, 2007; Mylavarapu, Woldesenbet, 2010]. Поэтому в настоящее время для количественной оценки зернистости образцов горных пород ультразвуковыми методами может применяться сравнение полученных экспериментально частотных зависимостей коэффициента затухания ультразвуковых волн с существующими теоретическими моделями рассеяния ультразвука в поликристаллических металлах и сплавах. Затем осуществляется верификация полученных результатов с использованием независимых методик определения зернистости исследуемых образцов горных пород, например, с использованием методов оптической или электронной микроскопии.

В основе теоретических моделей рассеяния ультразвука в поликристаллических материалах лежит соотношение между длиной зондирующей ультразвуковой волны и средним размером зерен в области прозвучивания. В зависимости

от этого соотношения выделяют три характерные частотные области рассеяния — Рэлеевское (длина волны существенно больше среднего размера зерен), стохастическое (длина волны и средний размер зерен сравнимы), и диффузное или геометрическое рассеяние, когда длина волны много меньше среднего размера зерен. По характерным частотам переходов от одного типа рассеяния к другому и по известной скорости ультразвуковой волны в поликристаллическом образце на этих частотах возможно количественно оценить максимальный и средний размеры зерен в зоне прозвучивания (см., например, [Reynolds, Smith, 1984]). Таким образом, для наблюдения упомянутых выше частотных областей рассеяния ультразвука и получения количественных данных о характерных размерах зерен в образце необходимо измерять коэффициент затухания ультразвука в широкой полосе частот. Поскольку типичные размеры зерен в лабораторных образцах горных пород составляют от десятков микрометров до нескольких миллиметров, спектр зондирующих ультразвуковых импульсов должен соответствовать диапазону от сотен килогерц до десятков мегагерц. Кроме того, эти импульсы должны быть достаточно мощными для осуществления достоверного анализа структуры сильно поглощающих и рассеивающих ультразвук образцов горных пород.

Генерация мощных широкополосных ультразвуковых импульсов возможна при использовании лазерного термо-оптического механизма возбуждения ультразвука — оптико-акустического эффекта [Гусев, Карабутов, 1991]. При поглощении наносекундных импульсов традиционных лазеров с модуляцией добротности в специально подобранном материале — так называемом “лазерном источнике ультразвука” — реализуется возбуждение акустических импульсов с амплитудой до десятков и сотен атмосфер при их наносекундной длительности (в зависимости от параметров поглощенного лазерного импульса, а также оптических и теплофизических характеристик данного материала). Высокая амплитуда и малая длительность лазерно-возбуждаемых ультразвуковых импульсов позволяют успешно применять их в задачах диагностики разномасштабных структурных неоднородностей на основе анализа параметров поглощенных или рассеянных ультразвуковых волн в металлах [Kube, 2016; Haderer et al., 2023], композиционных материалах различных типов [Vavilov et al., 2019; Воробьев и др., 2020], а также

минералах и горных породах [Белов и др., 2003; Иньков и др., 2004; Podymova, Karabutov, 2022].

Целью настоящей работы является развитие метода широкополосной акустической спектроскопии с лазерным источником ультразвука для количественной оценки характерных размеров зерен в лабораторных образцах горных пород на основе анализа зависимостей коэффициента затухания продольных ультразвуковых волн, измеренных в достаточно широкой полосе частот. В качестве примера рассматриваются горные породы метатерригенного происхождения — метапесчаники зонально метаморфизованной ладожской серии палеопротерозоя Балтийского щита, претерпевшие разную степень структурно-текстурных преобразований в процессе древнего метаморфизма под действием различных термобарических (геотермальных) условий. Основная идея заключается в анализе возможности применения теоретической модели рассеяния ультразвука в однофазных поликристаллических материалах, упомянутой выше, для количественной оценки характерных размеров зерен в гетерофазных горных породах. В отличие от предыдущей работы [Подымова и др., 2023] по этой же тематике, в настоящей работе объективная верификация данных по размерам зерен, полученных с использованием широкополосной оптико-акустической спектроскопии, впервые осуществляется независимыми методами сканирующей электронной микроскопии аншлифов всех образцов и оптической микроскопии шлифов избранных образцов.

ИССЛЕДОВАННЫЕ ОБРАЗЦЫ ГОРНЫХ ПОРОД

Образцы метапесчаников из флишоидной серии пород, собранные в районе озера Янисъярви, имеют похожий исходный состав и происхождение. Это кварц-полевошпат-слюдистые породы (со слюдами биотит, мусковит и хлорит), которые претерпели тектоно-термальные преобразования на различных глубинах и температурах. Глубина и температура преобразований варьируются от 4–5 км и 350–400 °C на севере до 12–13 км и 600–750 °C на юге исследуемого района. Эти преобразования разделяются изоградами граната, ставролита, гиперстена, силлиманит-мусковитовой и силлиманит-ортоклазовой ассоциациями. Минералы, характеризующие эти субфации, появляются в массиве песчаников в виде увеличенных порфиобластов по мере повышения температуры и глубины. Одновременно с этим, с севера на

юг возрастает степень деформации и изменения исходной песчаной матрицы. Это приводит к формированию ориентированных текстур слюдистых минералов, которые перекрывают первоначальную массивную структуру. Из-за неоднородного характера деформационно-метаморфических преобразований некоторые участки породы могут сохранять осадочные характеристики (слоистость, полосчатость), в то время как в других местах могут быть наложены две или более генерации плоскостных текстур (кливаж и сланцеватость). Изменение температуры и деформации также влияет на размер кристаллических фаз и степень сохранности осадочных признаков. Выраженность наложенных преобразований варьируется в пяти изученных образцах, что позволяет оценить влияние характера первичных и наложенных структур и размерности минеральных фаз на акустические свойства.

Для исследований использовались цилиндрические керны из метапесчаников, взятые в пяти разных точках отбора: ЛВ2140, ЛВ2093, ЛВ2138, ЛВ1312 и ЛВ1356 (рис. 1). Керны имели дискообразную форму с плоскопараллельными торцами и толщиной от 9.95 до 11.70 мм. Толщина всех кернов варьировалась не более чем на 0.01 мм. Средняя плотность метапесчаников в коллекции составила 2.77 г/см^3 , с вариацией $\pm 0.07 \text{ г/см}^3$.

Образец ЛВ1356

Образец представляет собой массивную мелкозернистую породу из зоны граната. Состав: Q+Pl (70%), Bt (20–25%), Mus (до 10%). В матрице породы сохранены элементы исходной обломочной структуры в виде разноразмерных зерен каркасных и слоистых силикатов (от 30 до 200 мкм), а также порфиробластов мусковита (до 600 мкм). Чешуйки биотита распределены неупорядоченно. В некоторых участках присутствуют гранатовые порфиробласты, размер которых достигает 50 мкм.

Образец ЛВ1312

Образец представляет собой массивную породу вблизи изограды ставролита. Состав: Pl+Kfs+Q (до 50%), Bt (до 10%), Amph (20–30%). Амфибол в виде длиннопризматических вытянутых призм с плеохроизмом от сине-зеленого до зеленовато-бурого, размером до 1 мм. Синеватые оттенки в плеохроизме указывают на повышенное содержание щелочей. Кристаллы представляют собой пойкилобласты с большим количеством вкрапленников минералов основной ткани. Размеры зерен кварц-полевошпатового

субстрата варьируют от 30 до 150 мкм, сохраняя элементы бластосаммитовой структуры. Иногда в породе встречаются мономинеральные кварцевые линзочки мощностью до 1.5 мм, где кварцевые зерна заметно укрупняются. Биотит с плеохроизмом от бурого до коричневого в виде мелких прямоугольных, иногда вытянутых чешуек, размером до 300 мкм. Каймы чешуек иногда размыты, но большая часть имеет четкие грани. Широко развиты плеохроичные дворики вокруг включений. По спайности биотита иногда развивается рудный минерал.

Образец ЛВ2138

Образец представляет собой биотитовый микрогнейс из зоны ставролита со слабо проявленной сланцеватостью. Состав: Q (40–50%), Bt (30–35%), Pl (10–20%), Chl (5%) + рудный. Структура породы порфиرو- и пойкилобластовая, структура основной ткани микролепидогранобластовая, зубчатая. В основной ткани, состоящей из кварца (до 150 мкм), плагиоклаза (до 75 мкм) и мелких биотитовых чешуек, присутствуют порфиробласты биотита (до 750 мкм), которые иногда замещаются зеленым хлоритом, и пойкилобласты полевого шпата (от 500 до 2000 мкм). В пойкилобластах широко развиты включения мелких идиоморфных чешуек биотита, и есть признаки свободно растущего кварца, что свидетельствует об условиях сверхбыстрого роста. Порода сечется субпараллельными изогнутыми кварцевыми и биотитовыми жилками и прожилками мощностью до 1 мм с укрупнением в них кварцевых и биотитовых зерен до 500 мкм. Порфиро- и пойкилобласты смяты в складки кварцевыми и биотитовыми прожилками.

Образец ЛВ2093

Образец представляет собой гранат-мусковит-биотитовый гнейс вблизи силлиманит-ортотлазовой изограды. Сланцеватость ярко выражена, структура – бластосаммитовая. Состав: Q (30–40%), Bt (20–30%), Pl (20–30%), Kfs (5–10%), Musc (5–10%), Grt (доли %) + рудный. Чешуйки биотита (до 600 мкм) имеют четкие торцы и ориентированы в одном направлении. Биотит на контакте с гранатом подчиняется ему по форме, что свидетельствует о более поздней кристаллизации граната, хотя допускается и одновременная кристаллизация граната с биотитом. Зерна плагиоклаза (до 700 мкм) подчиняются по форме всем другим главным минералам шлифа. Плагиоклаз идентифицируется по полисинтетическим двойникам

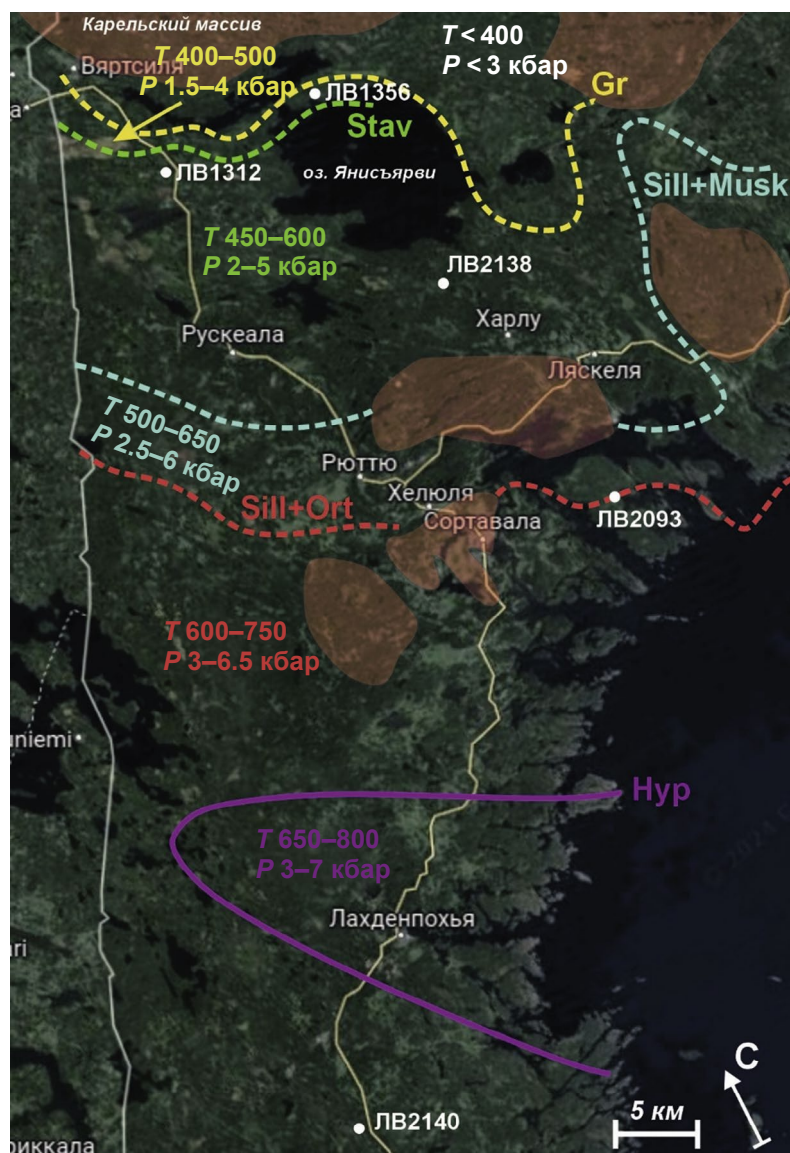


Рис. 1. Схема расположения точек опробования метапесчаников в разнотемпературных зонах метаморфизма пород ладожской серии палеопротерозоя Балтийского щита. Изограды: Gr – граната, Stav – ставролита, Sill+Musk – силлиманит-мусковита, Sill+Ort – силлиманит-ортотлаза, Нур – гиперстена. Оценки температур (T) и давления (P) даны по работе [Великославинский, 1971].

и незначительным вторичным изменениям. Гранат в виде округлых редких зерен (до 200 мкм) и часто окаймляется рудным минералом.

Образец ЛВ2140

Образец представляет собой массивную среднезернистую породу вблизи изогранаты гиперстена. Состав: Срх (30–40%), Pl (20–30%), Amph (10–20%), Q (10–20%), рудный (5%). Бурый амфибол (до 1000 мкм) неравномерно развивается по пироксену. Широко развиты округлые агрегаты рудного минерала, которые чаще всего приурочены к скоплениям амфибола и пироксена. Таблитчатые зерна плагиоклаза (до 500 мкм)

с полисинтетическими двойниками и округлые зерна кварца (до 500 мкм) иногда присутствуют в виде включений в более крупных зернах клинопироксена (до 1000 мкм).

МЕТОДИКА ШИРОКОПОЛОСНОЙ АКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ЛАЗЕРНЫМ ИСТОЧНИКОМ УЛЬТРАЗВУКА

Схема широкополосного акустического спектрометра с лазерным источником ультразвука представлена на рис. 2. Импульсы Nd:YAG лазера с модуляцией добротности на основной

длине волны излучения 1.064 мкм (характерная длительность импульса 10–12 нс, энергия в импульсе 10–15 мДж) поглощаются в специальном материале — так называемом лазерном или оптико-акустическом (ОА) источнике ультразвука, в котором за счет термо-оптического эффекта происходит возбуждение импульсов продольных ультразвуковых волн [Гусев, Карабутов, 1991]. Амплитуда, временные и спектральные характеристики этих импульсов определяются плотностью поглощенной энергии лазерного импульса, его характерной длительностью, оптическими и теплофизическими свойствами материала источника, а также граничными условиями возбуждения ультразвука [Гусев, Карабутов, 1991]. В качестве ОА источника используется плоскопараллельная пластина из оптического стекла (светофильтра) СЗС-22 с акустически свободной границей, спектр эффективно возбуждаемых ультразвуковых частот составляет 1–70 МГц (максимальная частота соответствует спектральной амплитуде порядка 2% от максимальной, выше в спектре на фоне низкой амплитуды начинают заметно проявляться электрические шумы и шумы, связанные с цифровой обработкой сигналов). Ультразвуковой импульс, возбуждаемый в ОА источнике СЗС-22, является опорным, после пробега по исследуемому образцу его профиль искажается за счет затухания ультразвуковых волн. После прохождения образца ультразвуковой импульс

регистрируется широкополосным пьезоэлектрическим приемником на основе кристалла ниобата лития Z-среза с рабочей полосой частот 1–80 МГц по уровню $1/e$. Слой иммерсионной жидкости (дистиллированной воды) толщиной 2 мм, слабо поглощающей ультразвук в рабочем частотном диапазоне, обеспечивают акустические контакты между пластиной СЗС-22, образцом и пьезоприемником. Цифровой осциллограф Tektronix TDS 2012B с аналоговой полосой 100 МГц и частотой дискретизации сигнала 1 ГГц используется для регистрации электрических сигналов с пьезоприемника, которые затем обрабатываются на персональном компьютере. Максимальное отношение сигнал—шум регистрируемых электрических сигналов составляет порядка 2000. Временные профили опорного импульса и импульса, прошедшего через образец, регистрируются осциллографом, запускающимся в момент излучения лазерного импульса. Временная шкала (положение по оси X) сдвигается таким образом, чтобы каждый из этих импульсов отображался на экране осциллографа и затем записывался для последующей обработки.

Локальность тестирования образцов в поперечном направлении соответствует характерному радиусу опорного ультразвукового пучка, который в свою очередь совпадает с радиусом лазерного пучка на облучаемой поверхности пластины СЗС-22 и составляет 2–3 мм.

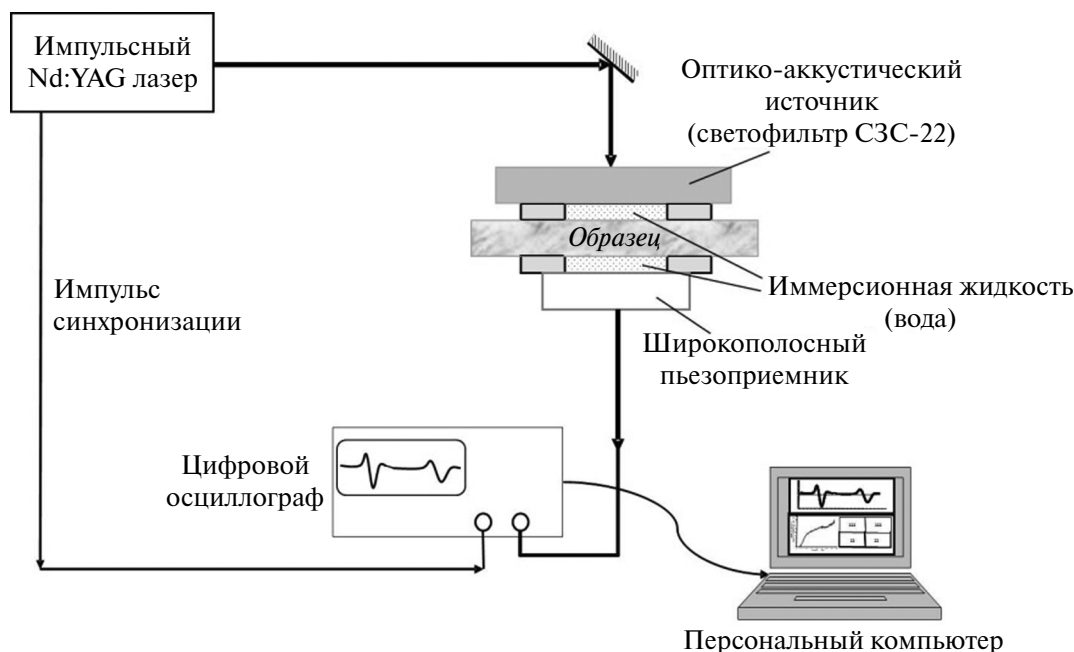


Рис. 2. Схема широкополосного акустического спектрометра с лазерным оптико-акустическим источником ультразвука.

Временной профиль $U_0(t)$, а также амплитудный $S_0(f)$ и фазовый $\Phi_0(f)$ спектры опорного ультразвукового импульса, возбуждаемого в СЗС-22, представлены на рис. 3.

Амплитудный спектр $S(f)$ ультразвукового импульса, прошедшего исследуемый образец известной толщины H , описывается выражением [Fitting, Adler, 1981]:

$$S(f) = S_0(f) T_1 T_2 D(f) \exp[-\alpha(f)H] = S_0(f) T_{\text{trans}} D(f) \exp[-\alpha(f)H], \quad (1)$$

где: f – частота продольной ультразвуковой волны; $T_1 = 2Z_{\text{smpl}} / (Z_{\text{smpl}} + Z_{\text{H}_2\text{O}})$ – амплитудный коэффициент прохождения волны из воды в образец; $T_2 = 2Z_{\text{H}_2\text{O}} / (Z_{\text{smpl}} + Z_{\text{H}_2\text{O}})$ – амплитудный коэффициент прохождения волны из образца в воду; Z_{smpl} и $Z_{\text{H}_2\text{O}}$ – значения акустического импеданса образца и воды соответственно; $D(f)$ – фактор, учитывающий дифракционные искажения продольных ультразвуковых волн при распространении в образце; $\alpha(f)$ – частотно-зависимый коэффициент затухания этих

волн. Зависимость $\alpha(f)$ может быть выражена из (1) как:

$$\alpha(f) = \frac{1}{H} \left[\ln \frac{S_0(f)}{S(f)} + \ln T_{\text{trans}} + \ln D(f) \right]. \quad (2)$$

Акустический импеданс воды считается известным: $Z_{\text{H}_2\text{O}} = 1.49 \cdot 10^6$ кг/(м² с), акустический импеданс исследуемого образца горной породы рассчитывается по определенным экспериментально значениям его плотности ρ и фазовой скорости продольных ультразвуковых волн C . В общем случае в образце может иметь место дисперсия фазовой скорости, то есть частотная зависимость $C(f)$. В этом случае акустический импеданс образца также будет зависеть от частоты: $Z_{\text{smpl}}(f) = \rho C(f)$.

Дисперсия фазовой скорости продольных ультразвуковых волн в образце $C(f)$ рассчитывается с использованием фазовых спектров опорного ультразвукового импульса, $\Phi_0(f)$, и импульса, прошедшего через образец, $\Phi(f)$ [Fitting, Adler, 1981]:

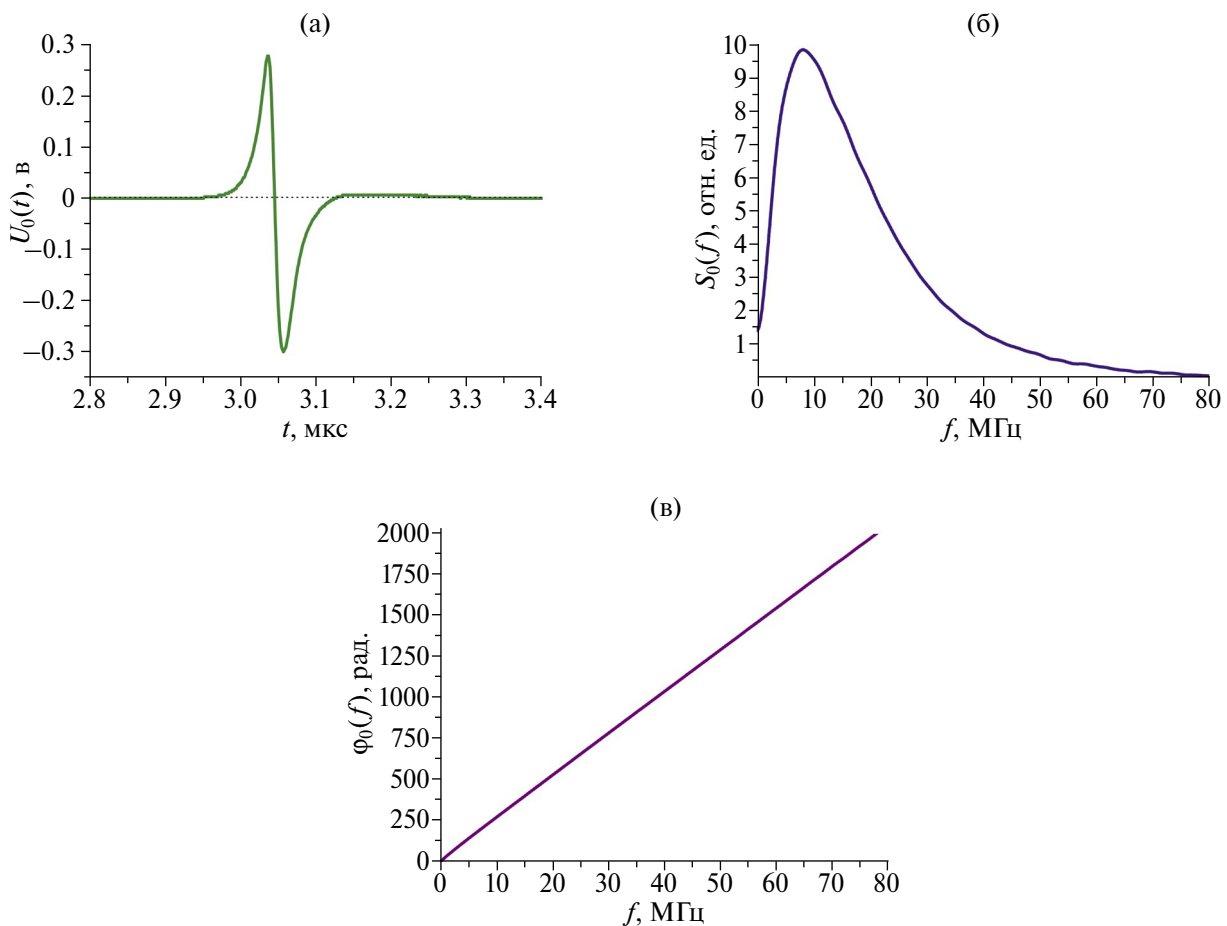


Рис. 3. (а) – Временная форма, (б) – амплитудный и (в) – фазовый спектры опорного импульса продольных ультразвуковых волн, возбуждаемого в ОА источнике СЗС-22.

$$C(f) = \frac{2\pi f H}{\varphi(f) - \varphi_0(f)}, \quad (3)$$

где $\varphi_0(f)$ и $\varphi(f)$ рассчитываются с использованием стандартной процедуры “развертывания фазы” (в англоязычной литературе *phase unwrapping*) для получения непрерывных фазовых спектров [Jeong, Hsu, 1995].

Спектры всех ультразвуковых импульсов рассчитываются с использованием стандартного программного пакета быстрого преобразования Фурье с учетом амплитудных коэффициентов отражения акустической волны на каждой границе раздела (см. (1)). Также для спектров всех импульсов применялась процедура численного расчета дифракционного фактора $D(f)$ (формула (2.47) в работе [Гусев, Карабутов, 1991]), т.е. проводилась компенсация частотно-зависимого дифракционного искажения широкополосных ультразвуковых импульсов. В формулах (2) и (3) величины $S(f)$ и $\varphi(f)$ берутся после компенсации дифракционных искажений импульса при его распространении в образце.

Состав и размер зерен оценивался также с помощью сканирующего электронного микроскопа Tescan Mira 4 LMS, оснащенного энергодисперсионным спектрометром (EDS) Oxford Instruments (Абингдон, Великобритания) с системой микроанализа на основе ПО Aztec в ЦКП ИФЗ РАН [Веселовский и др., 2022]. Анализ производился в режиме высокого вакуума ($< 9 \times 10^{-3}$ Па) при ускоряющем напряжении 20 кВ с высоким разрешением и рабочим расстоянием 15 мм. Образцы были покрыты углеродом путем вакуумного испарения. Для всех анализируемых поверхностей аншлифов выбрано поле обзора 1 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Для всех исследованных образцов метапесчанников частотные зависимости коэффициента затухания $\alpha(f)$ и фазовой скорости $C(f)$ продольных ультразвуковых волн были измерены в пяти произвольно выбранных участках на расстоянии двух-трех миллиметров друг от друга в каждом образце.

Нижняя граница спектрального диапазона Δf достоверно измеряемых значений α и C в образцах составляет порядка 2–2.5 МГц и определяется дифракцией низкочастотных гармоник ультразвукового сигнала в образцах и одновременно малым абсолютным значением коэффициента затухания ультразвука на низких

частотах, что приводит к большой погрешности для величин α и C на этих частотах. Верхняя граница диапазона Δf соответствует спектральной амплитуде порядка 2% от максимума $S_{\max}$ амплитудного спектра ультразвукового импульса, прошедшего через исследуемый участок образца. На более высоких частотах спектральные компоненты импульса достаточно малы по сравнению с уровнем шума из-за значительного затухания ультразвука в образце. Относительная погрешность определения α в диапазоне частот Δf зависит от соотношения сигнал–шум для спектральной амплитуды каждой гармоники ультразвукового сигнала, от стабильности энергии лазерных импульсов, а также от точности измерения толщины образцов. Эта погрешность меняется от 5% для максимальной спектральной амплитуды до 10% для минимальной спектральной амплитуды ультразвуковых сигналов, прошедших исследуемые образцы метапесчанников. Относительная погрешность определения скорости C в диапазоне Δf также зависит от соотношения сигнал–шум для спектральной амплитуды каждой гармоники сигнала и от точности измерения толщины образцов и оценивается на уровне 0.5–0.8%.

Как было указано во Введении, для оценки характерных размеров зерен в образцах метапесчанников используется модель рассеяния ультразвука в поликристаллических материалах. В случае, когда длина зондирующей ультразвуковой волны существенно больше среднего линейного размера кристаллитов (зерен), наблюдается так называемое Рэлееское рассеяние ультразвука, для которого характерна зависимость $\alpha(f) \sim f^4$ (см., например, [Шкуратник, Ноздрина, 1998; Stanke, Kino, 1984; Reynolds, Smith, 1984]). Оценка максимального линейного размера зерна $D_{\max}$ осуществляется по следующей приближенной формуле:

$$D_{\max} \approx \frac{C(f_R)}{2\pi f_R}, \quad (4)$$

где: f_R — максимальная частота (граница) спектральной области Рэлееского рассеяния продольных ультразвуковых волн; $C(f_R)$ — значение фазовой скорости волны на частоте f_R .

В области длин зондирующих ультразвуковых волн, сравнимых с характерным средним линейным размером зерен $\langle D \rangle$, наблюдается так называемое стохастическое рассеяние ультразвука, для которого характерна зависимость $\alpha(f) \sim f^2$. Величина $\langle D \rangle$ оценивается по приближенной формуле

$$\langle D \rangle \approx \frac{C(f_s)}{2\pi f_s}, \quad (5)$$

где f_s – середина спектральной области стохастического рассеяния продольных ультразвуковых волн; $C(f_s)$ – значение фазовой скорости волны на частоте f_s .

Для более наглядного представления частотных областей различных типов рассеяния ультразвука измеренные зависимости $\alpha(f)$ в исследуемых образцах представляются в координатах $\alpha/f^2(f^2)$ [Reynolds, Smith, 1984]. Верхняя граница линейного участка этой зависимости соответствует частоте f_R , середина участка $\alpha/f^2 \approx \text{const}$ соответствует частоте f_s .

На рис. 4 представлены измеренные частотные зависимости коэффициента затухания продольных ультразвуковых волн $\alpha(f)$ и эти же зависимости в координатах $\alpha/f^2(f^2)$ для всех исследованных участков пяти образцов метапесчаников. Здесь же показаны примеры графического определения величин f_R и f_s для участка 4 образца ЛВ2140 (рис. 4б), участка 4 образца ЛВ2093 (рис. 4г) и участка 2 образца ЛВ2138 (рис. 4е); для всех участков остальных образцов эти величины определялись аналогично. Отсутствие зависимости $\alpha(f) \sim f^2$ для отдельных участков образцов ЛВ2093, ЛВ1312 и ЛВ1356 объясняется, по-видимому, наличием в этих участках большого количества зерен неправильной формы (далекой от квазисферической, образец ЛВ2093) либо высокой концентрации достаточно мелких зерен (образцы ЛВ1312 и ЛВ1356). Это предположение подтверждается результатами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) аншлифов этих образцов (см. ниже). Присутствие некоторых “квазирезонансных” пиков на зависимостях $\alpha/f^2(f^2)$, наиболее ярко выраженных для образца ЛВ2140, может объясняться некоторой слоистостью структуры метапесчанков в виде чередования более кварц-полевошпатовых слоев и более слюдистых прослоев, которая частично затухивается объемной перекристаллизацией субстрата [Подымова и др., 2023]. В табл. 1 приведены характерные частоты f_R и f_s , значения фазовой скорости продольных ультразвуковых волн C на этих частотах для всех исследованных участков образцов метапесчаников, а также характерные линейные размеры зерен $D_{\max}$ и $\langle D \rangle$ в этих участках, рассчитанные по модели рассеяния ультразвука в поликристаллических материалах. Видно, что для каждого образца величины $D_{\max}$ и $\langle D \rangle$ во всех пяти исследованных участках

близки, поэтому ниже для всех образцов приводятся СЭМ-изображения произвольно выбранного аншлифа одного из пяти участков.

На рис. 5 приведены примеры результатов анализа сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) аншлифов исследованных образцов, размер всех кадров составляет 1×1 мм. Видно, что характерные линейные размеры зерен на СЭМ-изображениях достаточно хорошо соответствуют величинам $D_{\max}$ и $\langle D \rangle$, представленным в табл. 1, что подтверждает достоверность результатов лазерного оптико-акустического метода. Как видно на снимках, в образце ЛВ2093 наблюдаются зерна неправильной формы, а в образцах ЛВ1312 и ЛВ1356 наблюдается высокая концентрация достаточно мелких зерен. Этот факт объясняет отсутствие зависимости $\alpha(f) \sim f^2$ для отдельных участков этих образцов. Уменьшение средних размеров зерен в образцах ЛВ1312 и ЛВ1356 подтверждается данными СЭМ-анализа и результатами широкополосной акустической спектроскопии (см. табл. 1).

Как было отмечено во Введении, традиционным способом оценки размеров зерен является анализ оптических микрофотографий. Методы такой оценки отработаны для исследований микрофотографий поверхностей металлов и сплавов. При попытке применить эти методы к анализу микрофотографий горных пород возникают сложности из-за прозрачности многих минералов, низкой или неравномерной контрастности границ зерен и существенного различия зерен по размерам. Поэтому стандарты, предназначенные для металлов и сплавов, не применяются в явном виде для горных пород, а собственные стандарты для горных пород отсутствуют. Но сами методы оценки размеров зерен пробуют использоваться для горных пород, например, в работах [Higgins, 2006; Philpotts, Ague, 2022; Stipp et al., 2010; Platt, 2023].

Для образцов ЛВ1356 и ЛВ1312 из настоящего исследования была проведена оценка распределения размеров зерен методом пересечений опорных линий, описанным, например, в стандартах [ГОСТ 21073.3-75; ГОСТ 5639-82; ASTM E112-13]. Анализируемые микрофотографии были получены для шлифов в поляризованном свете на оптическом микроскопе Olympus BX35 в ЦКП ИФЗ РАН [Веселовский и др., 2022]. В соответствии с этим методом, на изображение были нанесены 5 параллельных линий на равном расстоянии друг от друга, после чего отмечены все пересечения линий с границами зерен. Распределение полученных длин отрезков было

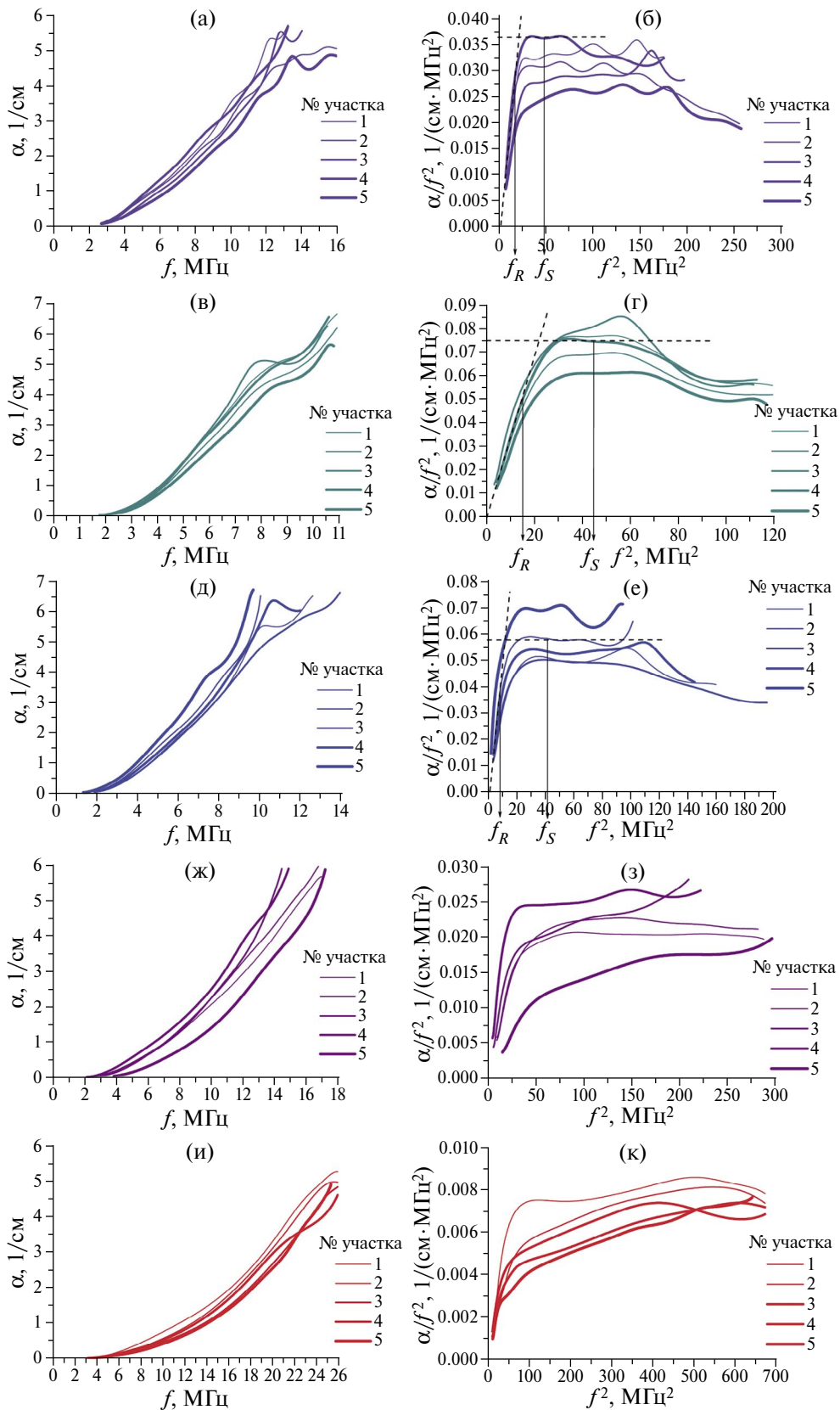


Рис. 4. Частотные зависимости коэффициента затухания продольных ультразвуковых волн $\alpha(f)$ (а), (в), (д), (ж), (и) и эти же зависимости в координатах $\alpha/f^2(f^2)$ (б), (г), (е), (з), (к) для исследованных образцов метапесчаников: (а), (б) – ЛВ2140; (в), (г) – ЛВ2093; (д), (е) – ЛВ2138; (ж), (з) – ЛВ1312; (и), (к) – ЛВ1356.

Таблица 1. Результаты широкополосной акустической спектроскопии образцов метапесчаников и характерные линейные размеры зерен, рассчитанные по модели рассеяния ультразвука в поликристаллических материалах

№ образца	№ участка	f_R , МГц	$C(f_R)$, м/с	f_s , МГц	$C(f_s)$, м/с	$D_{\max}$, мкм	$\langle D \rangle$, мкм
ЛВ2140	1	4.7	6620	9.0	6670	220	120
	2	4.2	6600	8.8	6740	250	120
	3	4.7	6680	8.8	6740	230	120
	4	3.8	6580	7.0	6640	270	150
	5	4.3	6690	10.0	6760	250	110
ЛВ2093	1	3.1	5060	6.7	5080	260	120
	2	3.7	5120	6.8	5130	220	120
	3	3.2	5100	—	—	250	—
	4	3.9	5080	6.6	5090	210	120
	5	4.3	5140	7.1	5150	190	110
ЛВ2138	1	3.4	4960	6.0	4990	240	130
	2	2.9	4980	6.5	4800	270	120
	3	3.2	4940	8.0	4970	250	100
	4	3.1	5090	7.5	5140	260	110
	5	2.1	5230	6.0	5380	400	140
ЛВ1312	1	4.7	5880	12.3	5890	200	80
	2	4.9	5900	11.8	5910	190	80
	3	4.0	5830	—	—	230	—
	4	3.7	5810	8.5	5820	250	110
	5	6.1	5970	14.8	5950	160	60
ЛВ1356	1	5.7	5700	12.6	5700	160	70
	2	5.7	5750	23.4	5750	160	40
	3	5.1	5800	24.7	5790	180	40
	4	4.7	5760	20.3	5730	200	50
	5	5.2	5800	—	—	180	—

пересчитано в распределение зерен горной породы по линейным размерам.

Анализировалось по два изображения для каждого из образцов ЛВ1356 и ЛВ1312 в одном из двух масштабов съемки: размеры масштабной линейки 100 мкм (поле зрения размерами около 2×2.5 мм), 200 мкм (поле зрения размерами около 1×1.25 мм) или 500 мкм (поле зрения размерами около 3.875×4.875 мм). Микрофотографии шлифов и распределения размеров зерен приведены на рис. 6, рис. 7. Параметры распределений приведены в табл. 2; значения

получены для реального распределения зерен и для его аппроксимации логнормальной функцией, традиционно используемой для этой цели [Higgins, 2006]. Определялись параметры распределений: мода, среднее, медиана (т.е. 50% квантиль, $q_{50\%}$), 85, 90 и 95% квантили ($q_{85\%}$, $q_{90\%}$, $q_{95\%}$ соответственно). Высшие (85% и более) квантили определялись только для логнормальной аппроксимации из-за малого количества зерен большого размера.

Согласно работе [Papadakis, 1964], средний диаметр зерна (в предположении о его форме,

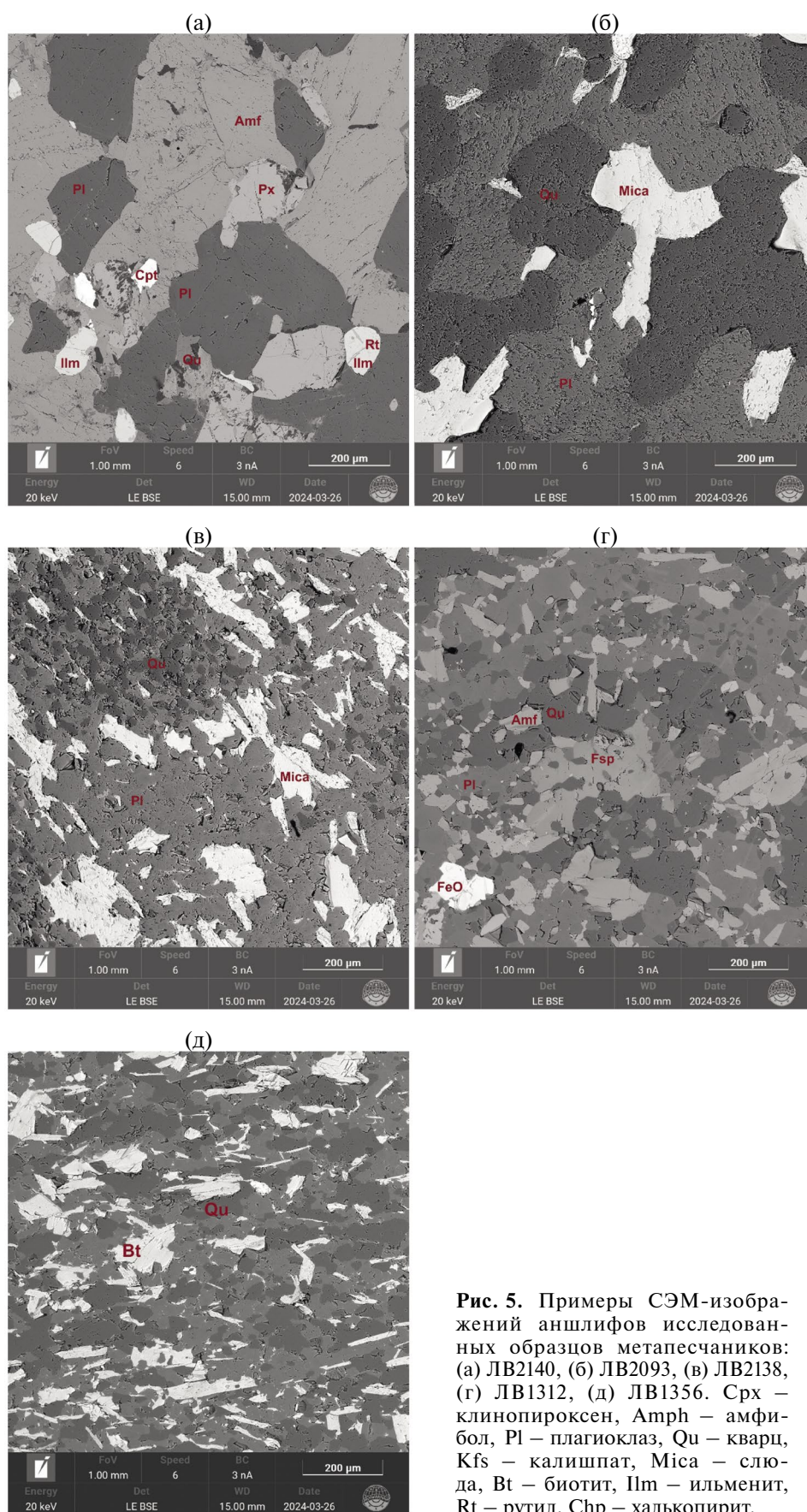


Рис. 5. Примеры СЭМ-изображений аншлифов исследованных образцов метапесчаников: (а) ЛВ2140, (б) ЛВ2093, (в) ЛВ2138, (г) ЛВ1312, (д) ЛВ1356. Срх – клинопироксен, Амф – амфибол, Пл – плагиоклаз, Ку – кварц, Кfs – калишпат, Мса – слюда, Бт – биотит, Илм – ильменит, Рт – рутил, Спр – халькопирит.

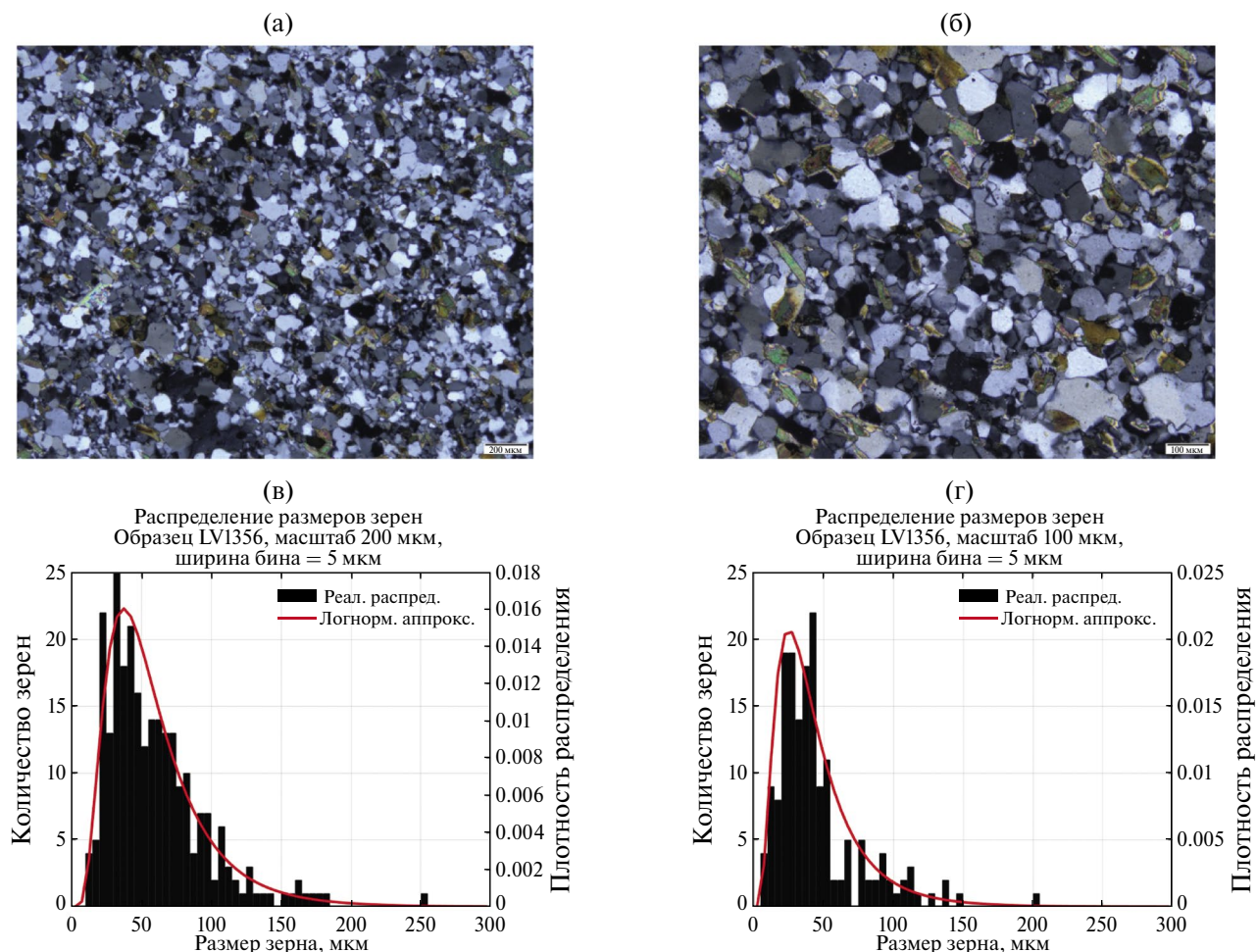


Рис. 6. Оценка размеров зерен по данным оптической микроскопии образца ЛВ1356: микрофотография масштаба 200 мкм (а) и соответствующая ей оценка распределения зерен (в); микрофотография масштаба 100 мкм (б) и соответствующая ей оценка распределения зерен (г).

близкой к сферической) может быть найден по медиане распределения зерен по линейным размерам:

$$\langle D_{opt} \rangle = 1.45 \cdot q_{50\%} \quad (6)$$

Поскольку основной вклад в распределение вносят мелкие зерна, предполагаем, что медиана точнее определяется для меньшего масштаба. Из данных, представленных в табл. 2, следует, что $\langle D_{opt_ЛВ1356} \rangle \approx 55$ мкм, $\langle D_{opt_ЛВ1312} \rangle \approx 81$ мкм. Эти значения очень близки к усредненным значениям, полученным по данным акустической спектроскопии $\langle D_{ЛВ1356} \rangle \approx 50$ мкм, $\langle D_{ЛВ1312} \rangle \approx 82.5$ мкм (см. табл. 1).

Оценка размера максимального зерна — более сложная задача и может быть проведена в несколько этапов. Для представительного сравнения с результатами акустической спектроскопии необходим сопоставимый объем выборки.

Непосредственным измерением это сделать невозможно, поэтому приходится использовать логнормальную аппроксимацию распределения зерен по размерам.

Объем выборки при акустической спектроскопии может быть оценен как

$$V_{as} = S_{lb} \cdot H = \pi \cdot r_{lb}^2 \cdot H, \quad (7)$$

где S_{lb} и r_{lb} — площадь сечения и радиус опорного ультразвукового пучка, совпадающего с таковыми для лазерного пучка; H — толщина образца. С учетом разброса величин получаем $V_{as} \approx 125\text{--}330$ мм³.

Согласно основным стереометрическим соотношениям [Салтыков, 1976], доли p_{ph} , занимаемые некоторой фазой, равны между собой для оценок разной размерности. В частности, для линейных и объемных размеров

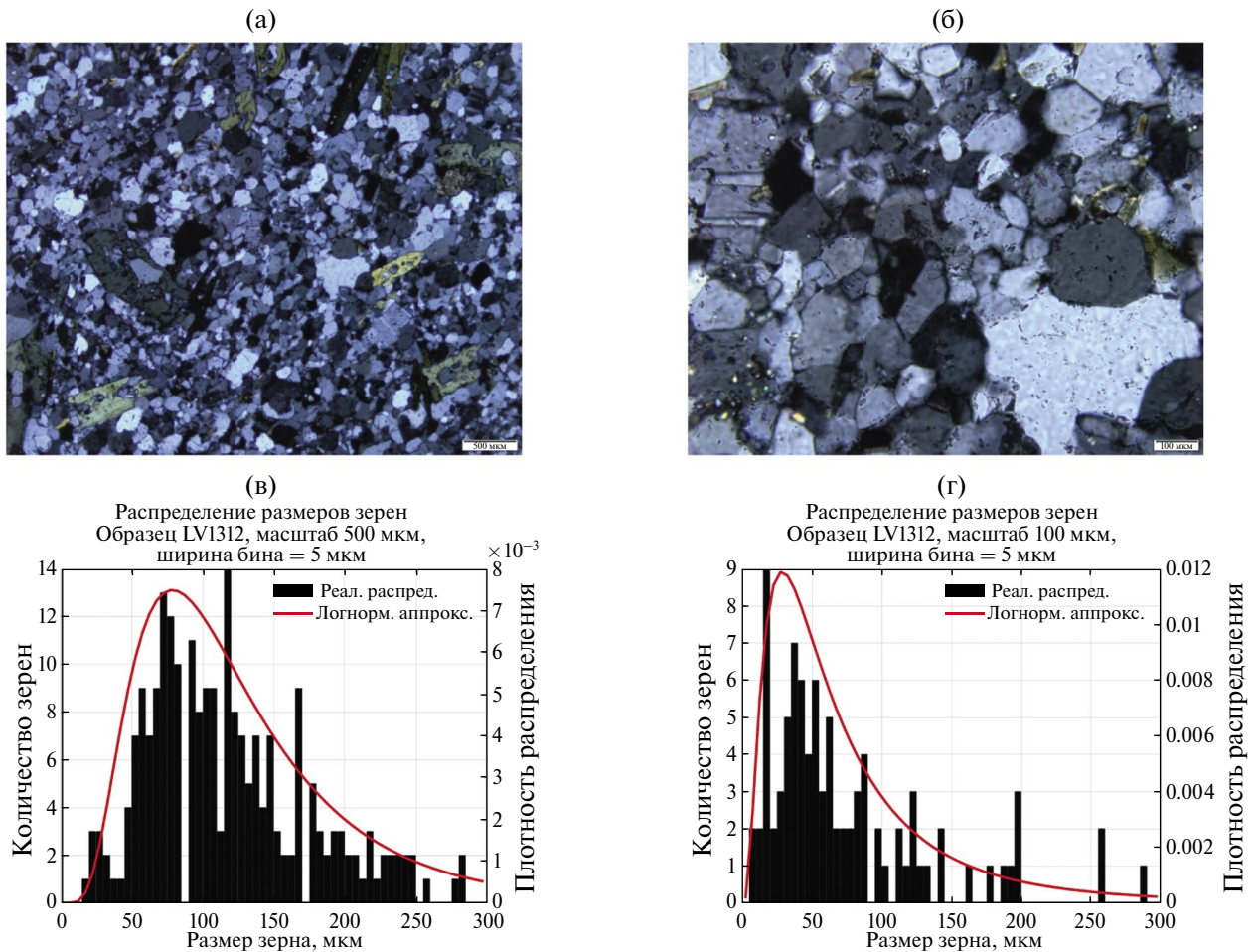


Рис. 7. Оценка размеров зерен по данным оптической микроскопии образца ЛВ1312: микрофотография масштаба 500 мкм (а) и соответствующая ей оценка распределения зерен (в); микрофотография масштаба 100 мкм (б) и соответствующая ей оценка распределения зерен (г).

$$p = \frac{L_{ph}}{L} = \frac{V_{ph}}{V}, \quad (8)$$

где: L_{ph} и V_{ph} – суммарная длина секущих и объем, приходящиеся на определенную фазу (например, на все зерна одного размера); L и V – полная длина секущих и полный объем выборки. Объем всех зерен одного размера как объем фазы может быть определен как $V_{ph} = n_{ph} \cdot V_{one_grain}$, где n_{ph} – количество зерен данного размера в выборке; V_{one_grain} – объем одного зерна. Запишем (8) для зерен диаметром D как искомой фазы:

$$p_D = \frac{L_D}{L} = \frac{V_D}{V} = \frac{n_D \cdot V_{one_grain}}{V_{as}} = \frac{n_D \cdot (\pi \cdot D^3 / 6)}{V_{as}}. \quad (8a)$$

Доля p_D зерен диаметром D известна из лог-нормальной аппроксимации распределения зерен по размерам; объем одного зерна получаем из его аппроксимации сферой диаметром D ; количество зерен данного размера принимаем

$n_{ph} \approx 1-3$ с учетом того, что при прозвучивании зерна могут располагаться друг за другом и взаимно маскироваться и что соотношение диаметра пучка и длины образца составляет 3–6. Нормируем p_D на D^3 :

$$g(D) = \frac{p_D}{D^3} = \frac{n_D \cdot \pi}{6 \cdot V_{as}}. \quad (9)$$

Подставляя конкретные значения величин с учетом разбросов, получаем, что для объема, наблюдаемого при акустической спектроскопии, функция $g(D)$ должна иметь значение в диапазоне 0.013–0.1. Графики функции $g(D)$ для образцов ЛВ1356 и ЛВ1312 показаны на рис. 8; там же выделен искомый диапазон значений функции $g(D)$. Можно определить разброс максимальных размеров зерна по данным оптической микроскопии как $D_{\max_opt_ЛВ1356} \approx 150-215$ мкм и $D_{\max_opt_ЛВ1312} \approx 200-305$ мкм. Эти диапазоны перекрываются с диапазонами максимальных

Таблица 2. Параметры распределений зерен по размерам для рассмотренных образцов

Параметр, мкм Распределение	Мода	Среднее	Медиана ($q_{50\%}$)	$q_{85\%}$	$q_{90\%}$	$q_{95\%}$
ЛВ1356, масштаб 200 мкм						
реальное	23.6	60.18	52.5	—	—	—
логнорм. аппрокс.	37.5	60.4	51.4	92.22	105.09	127.9
ЛВ1356, масштаб 100 мкм						
реальное	23.7	45.3	36.9	—	—	—
логнорм. аппрокс.	27.5	45.5	37.4	76.6	92.16	110.7
ЛВ1312, масштаб 500 мкм						
реальное	116.7	128.01	111.4	—	—	—
логнорм. аппрокс.	77.5	128.9	109.3	194.4	225.9	278.7
ЛВ1312, масштаб 100 мкм						
реальное	17.16	81.04	54.12	—	—	—
логнорм. аппрокс.	27.5	80.5	57.01	133.8	181.6	197.9

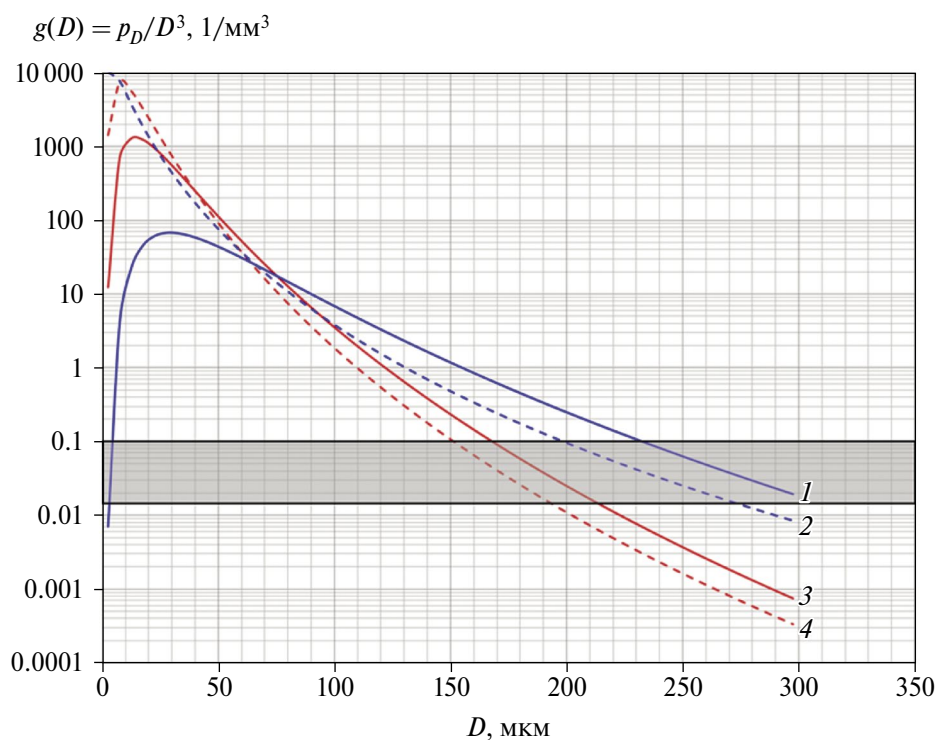


Рис. 8. Графики функции $g(D)$, полученные для логнормальных аппроксимаций распределений зерен по размерам по микрофотографиям образцов ЛВ1312 в масштабе 500 мкм (1) и 100 мкм (2), ЛВ1356 в масштабе 200 мкм (3) и 100 мкм (4). Серым прямоугольником выделен искомый диапазон значений $g(D)$, соответствующий объему выборки, охваченной акустической спектроскопией.

размеров зерен, полученных по данным акустической спектроскопии $D_{\max_ЛВ1356} \approx 160\text{--}200$ мкм и $D_{\max_ЛВ1312} \approx 160\text{--}250$ мкм.

К сожалению, неочевидно, аппроксимация распределения по изображению какого масштаба более достоверная. Малый масштаб позволяет учесть большее количество малых зерен, вносящих основной вклад в распределение, а большой масштаб позволяет оценить частоту встречаемости больших зерен. Но можно оценить некоторую согласованность аппроксимаций по разным масштабам. Из общих соображений следует, что распределения зерен по размерам должны быть наиболее представительны вблизи моды как наиболее часто встречающегося значения. Для двух разных, но близких по масштабу изображений шлифа ЛВ1356 (пара 100 и 200 мкм) моды реальных распределений очень близки друг другу и составляют около 23 мкм. Это позволяет предположить, что истинное распределение зерен по размерам располагается между аппроксимациями этих распределений. Для ЛВ1312 моды различаются, что говорит о необходимости рассматривать изображения с близкими масштабами вместо пары 100 и 500 мкм и, вероятно, объясняет большую несогласованность оценок максимальных размеров зерен по сравнению с данными акустической спектроскопии.

Несмотря на то, что оптическая и сканирующая электронная микроскопия позволяют получить весьма детальную информацию о размерах зерен в образце, такой анализ достаточно трудоемкий, особенно для изучения картины распределения зерен по размерам в образцах объемом от нескольких см³. Преимущество предлагаемой методики широкополосной акустической спектроскопии с лазерным источником ультразвука заключается в том, что она дает возможность получить достоверные количественные оценки характерных размеров зерен во всем объеме каждого прозвучиваемого участка образца в реальном масштабе времени.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе реализована методика широкополосной оптико-акустической спектроскопии для количественной оценки характерных размеров зерен лабораторных образцов горных пород. Методика основана на измерении коэффициента затухания продольных ультразвуковых волн в мегагерцовом диапазоне частот и применении теоретической модели рассеяния ультразвука в однофазных поликристаллических материалах. На примере пяти образцов метапесчаников,

сформированных в различных геотермальных условиях, продемонстрирована возможность количественной оценки максимального и среднего линейного размера зерен в объеме прозвучиваемых участков образцов. Такая оценка осуществляется по частотным зависимостям коэффициента затухания продольных ультразвуковых волн, измеренном в спектральном диапазоне от 2–3 МГц до 11–26 МГц, который определяется абсолютной величиной коэффициента затухания в конкретном образце. Для каждого образца наблюдается практическое совпадение характерных максимальных и средних размеров зерен в пяти исследованных участках, что указывает на однородность структуры образцов. Объективная верификация данных по размерам зерен, полученных с использованием широкополосной оптико-акустической спектроскопии, впервые осуществлена независимым методом сканирующей электронной микроскопии аншлифов поверхностей всех образцов. Отдельно проведенная оценка среднего и максимального размеров зерен, полученная с помощью метода пересечения линий по анализу оптических микрофотографий шлифов для двух выбранных образцов, показала хорошее согласие с оценкой этих же размеров по данным акустической спектрометрии.

Достаточно хорошее совпадение результатов трех методов подтверждает достоверность ультразвуковых измерений и возможность применения теоретической модели рассеяния ультразвука в однофазных поликристаллических материалах для количественной оценки характерных размеров зерен в лабораторных образцах гетерофазных горных пород. Предложенный метод широкополосной оптико-акустической спектроскопии для оценки характерных размеров зерен метапесчаников может служить основой для установления взаимосвязи между их структурными особенностями и геотермальными условиями формирования в каждом конкретном месторождении.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследования выполнены в рамках гос. задания ИФЗ РАН с использованием оборудования ЦКП ИФЗ РАН и гос. задания физического факультета МГУ.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Белов М.А., Черепецкая Е.Б., Шкуратник В.Л., Карабутов А.А., Макаров В.А., Подымова Н.Б. Количественная оценка размеров минеральных зерен методом лазерной ультразвуковой спектроскопии // ФТПРПИ. 2003. № 5. С. 3–8.
- Великославинский Д.С. Метаморфические зоны в Северном Приладожье и оценка температур метаморфизма кианитового и андалузитового типов регионального метаморфизма. Метаморфические пояса СССР. Л.: Наука. 1971. С. 61–70.
- Веселовский Р.В., Дубиня Н.В., Пономарёв А.В., Фокин И.В., Патонин А.В., Пасенко А.М., Фетисова А.М., Матвеев М.А., Афиногенова Н.А., Рудько Д.В., Чистякова А.В. Центр коллективного пользования Института физики Земли им. О.Ю. Шмидта РАН “Петрофизика, геомеханика и палеомагнетизм” // Геодинамика и тектонофизика. 2022. Т. 13. № 2. С. 0579.
- Воробьев Р.И., Сергеев И.В., Карабутов А.А., Миронина Е.А., Саватеева Е.В., Ахатов И.Ш. Применение оптоакустического метода для оценки влияния пустот на трещиностойкость конструкционных углепластиков // Акуст. журн. 2020. Т. 66. № 2. С. 148–153.
- ГОСТ 21073.3–75. Цветные металлы. Определение величины зерна методом подсчета пересечений зерен. М.: Изд-во стандартов. 2002.
- ГОСТ 5639–82. Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна. М.: Изд-во стандартов. 2003.
- Гусев В.Э., Карабутов А.А. Лазерная оптоакустика. М.: Наука. 1991. 304 с.
- Жуков В.С., Кузьмин Ю.О. Экспериментальные исследования влияния трещиноватости горных пород и модельных материалов на скорость распространения продольной волны // Физика Земли. 2020. № 4. С. 39–50.
- Жуков В.С., Кузьмин Ю.О. Сопоставление подходов к оценке сжимаемости порового пространства // Записки Горн. ин-та. 2022. Т. 258. № 6. С. 1008–1017.
- Иньков В.Н., Черепецкая Е.Б., Шкуратник В.Л., Карабутов А.А., Макаров В.А. Ультразвуковая эхоскопия геоматериалов с использованием термооптических источников продольных волн // ФТПРПИ. 2004. № 3. С. 14–19.
- Никитин А.Н., Иванкина Т.И., Игнатович В.К. Особенности распространения продольных и поперечных упругих волн в текстурированных горных породах // Физика Земли. 2009. № 5. С. 57–69.
- Подымова Н.Б., Пономарев А.В., Морозов Ю.А., Матвеев М.А., Смирнов В.Б., Шарычев И.В. Исследование структуры метапесчаников методом широкополосной акустической спектроскопии с лазерным источником ультразвука // Геофизические процессы и биосфера. 2023. Т. 22. № 4. С. 13–24.
- Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия. 1976. 271 с.
- Турунтаев С.Б., Зенченко Е.В., Зенченко П.Е., Тримонова М.А., Барышников Н.А., Новикова Е.В. Динамика роста трещины гидроразрыва по данным ультразвукового просвечивания в лабораторных экспериментах // Физика Земли. 2021. № 5. С. 104–119.
- Шихова Н.М., Патонин А.В., Пономарёв А.В., Смирнов В.Б. Вариации спектров сигналов ультразвукового зондирования при лабораторных испытаниях образцов горных пород // Физика Земли. 2022. № 4. С. 167–180.
- Шкуратник В.Л., Ноздрина Н.Д. Теоретические предпосылки количественной оценки размеров минерального зерна ультразвуковым методом // ФТПРПИ. 1998. № 6. С. 104–111.
- ASTM E112–13. Standard test methods for determining average grain size. ASTM. 2021.
- Atapour H., Mortazavi A. The influence of mean grain size on unconfined compressive strength of weakly consolidated reservoir sandstones // J. Petrol. Sci. Eng. 2018. V. 171. P. 63–70.
- Austin N.J. An experimental investigation of textural controls on the brittle deformation of dolomite. MSc. Thesis. Vancouver: The University of British Columbia. 2003. 106 p.
- Baud P., Teng-fong Wong, Wei Zhu. Effects of porosity and crack density on the compressive strength of rocks // Int. J. Rock Mech. Min. Sci. 2014. V. 67. P. 202–11.
- Chen B., Xiang J., Latham J.-P., Bakker R.R. Grain-scale failure mechanism of porous sandstone: An experimental and numerical FDEM study of the Brazilian tensile strength test using CT-Scan microstructure // Int. J. Rock Mech. Min. Sci. 2020. V. 132 Art. № 104348.
- El Azhari H., El Hassani I. Effect of the number and orientation of fractures on the P-wave velocity diminution: application on the building stones of the Rabat area (Morocco) // Geomaterials. 2013. № 3. P. 71–81.
- Fitting D.W., Adler L. Ultrasonic spectral analysis for nondestructive evaluation. New York: Plenum Press. 1981. 354 p.
- Haderer W., Scherleitner E., Gsella J., Heise B., Mitter T., Rzy M., Reitingner B., Hettich M. Spatial imaging of stratified heterogeneous microstructures: determination of the hardness penetration depth in thermally treated steel parts by laser ultrasound // NDT&E Int. 2023. V. 138. Art. № 102868.
- Han Q., Gao Y., Zhang Y. Experimental study of size effects on the deformation strength and failure characteristics of hard rocks under true triaxial compression // Adv. Civil Eng. 2021. V. 2021. Art. № 6832775.
- He W., Hayatdavoudi A. A comprehensive analysis of fracture initiation and propagation in sandstones based on micro-level observation and digital imaging correlation // J. Petrol. Sci. Eng. 2018. V. 164. P. 75–86.
- He W., Hayatdavoudi A., Shi H., Sawant K., Huang P. A preliminary fractal interpretation of effects of grain size and grain shape on rock strength // Rock. Mech. Rock. Eng. 2019. V. 52. P. 1745–1765.
- Higgins M.D. Quantitative textural measurements in igneous and metamorphic petrology. Cambridge University Press. 2006. 265 p.

- Iravani A., Ouchterlony F., Kukolj I., Åström J.A.* Generation of fine fragments during dynamic propagation of pressurized cracks // *Phys. Rev. E*. 2020. V. 101. Art. № 023002.
- Ishida T., Sasaki, S., Matsunaga I., Chen Q., Mizuta Y.* Effect of grain size in granitic rocks on hydraulic fracturing mechanism. *Proceedings of Sessions of Geo-Denver 2000 – Trends in Rock Mechanics*. GSP 102. 2000. V. 290. P. 128–139.
- Jeong H., Hsu D.K.* Experimental analysis of porosity-induced ultrasonic attenuation and velocity change in carbon composites // *Ultrasonics*. 1995. V. 33. № 3. P. 195–203.
- Kube C.M.* Attenuation of laser generated ultrasound in steel at high temperatures; comparison of theory and experimental measurements // *Ultrasonics*. 2016. V. 70. P. 238–240.
- Liu S., Zhang Y., Zhang H., Zhang J., Qiu M., Li G., Ma F., Guo J.* Numerical study of the fluid fracturing mechanism of granite at the mineral grain scale // *Frontiers in Earth Science*. 2023. V. 11. Art. № 1289662.
- Mylavarapu P., Woldeesenbet E.* A predictive model for ultrasonic attenuation coefficient in particulate composites // *Compos. Part B Eng.* 2010. V. 41 № 1. P. 42–47.
- Pan C., Zhao G., Meng X., Dong C., Gao P.* Numerical investigation of the influence of mineral mesostructure on quasi-static compressive behaviors of granite using a breakable grain-based model // *Frontiers in Ecology and Evolution*. 2023. V. 11. Art. № 1288870.
- Papadakis E.P.* From micrograph to grain size distribution with ultrasonic applications // *J. Appl. Phys.* 1964. V. 35. № 5. P. 1586–1594.
- Peng J., Wong L.N., Teh C.I.* Influence of grain size heterogeneity on strength and microcracking behavior of crystalline rocks // *J. Geophys. Res.: Solid Earth*. 2017. V. 122. P. 1054–1073.
- Philpotts A.R., Ague J.J.* Principles of igneous and metamorphic petrology. Cambridge University Press. 2022. 667 p.
- Platt J.* A process-based theory for subgrain-size and grain-size piezometry // *J. Struct. Geol.* 2023. V. 177. Art. no. 104987.
- Podymova N.B., Karabutov A.A.* Nondestructive assessment of local microcracking degree in orthoclase and plagioclase feldspars using spectral analysis of backscattered laser-induced ultrasonic pulses // *Ultrasonics*. 2022. V. 125. Art no. 106796.
- Reynolds W.N., Smith R.L.* Ultrasonic wave attenuation spectra in steels // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 1984. V. 17. P. 109–116.
- Sarpun I.H., Kilickaya M.S.* Mean grain size determination in marbles by ultrasonic first backwall echo height measurements // *NDT&E Int.* 2006. V. 39. P. 82–86.
- Schön J.H.* Physical properties of rocks. A workbook. Elsevier. 2011. 481 p.
- Stanke F.E., Kino G.S.* A unified theory for elastic wave propagation in polycrystalline materials // *J. Acoust. Soc. Am.* 1984. V. 75. № 3. P. 665–681.
- Stipp M., Tullis J., Scherwath M., Behrmann J.H.* A new perspective on paleopiezometry: Dynamically recrystallized grain size distributions indicate mechanism changes // *Geology*. 2010. V. 38. P. 759–762.
- Vary A.* Material property characterization. Nondestructive testing handbook. Ultrasonic testing / Moore P.O. (ed.). Columbus: ASTM. 2007. P. 365–431.
- Vavilov V.P., Karabutov A.A., Chulkov A.O., Derusova D.A., Moskovchenko A.I., Cherepetskaya E.B., Mironova E.A.* Comparative study of active infrared thermography, ultrasonic laser vibrometry and laser ultrasonics in application to the inspection of graphite/epoxy composite parts // *Quantitative InfraRed Thermogr. J.* 2019. V. 17. № 4. P. 235–248.
- Weaver R.L.* Diffusivity of ultrasound in polycrystals // *J. Mech. Phys. Solids* 1990. V. 38. № 1. P. 55–86.
- Zhang Sh., Wu Sh., Zhang G.* Strength and deformability of a low-porosity sandstone under true triaxial compression conditions // *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* 2020. V. 127. Art. № 104204.

Quantitative Estimation of the Characteristic Grain Sizes of Laboratory Rock Samples by the Broadband Optoacoustic Spectroscopy Method

N. B. Podymova^{a,b,*}, A. V. Ponomarev^b, P. A. Kaznacheev^b, T. E. Baghdasaryan^b,
M. A. Matveev^b, and G. S. Indakov^{a,b}

^aDepartment of Physics, Moscow State University, Moscow, 119991 Russia

^bSchmidt Institute of Physics of the Earth, Russian Academy of Sciences, Moscow, 123242 Russia

*e-mail: npodymova@mail.ru

Received May 10, 2024

revised May 19, 2024

accepted June 18, 2024

Abstract – A technique for quantitative estimation of characteristic grain sizes in laboratory rock samples using the relationship between the frequency and attenuation of longitudinal ultrasonic waves in the samples is proposed and implemented experimentally. This relationship is quantified using broadband optoacoustic spectroscopy with a laser source of ultrasound and piezoelectric registration of nanosecond ultrasonic pulses

in the operating frequency range of 1–70 MHz. The application of the theoretical model of ultrasound scattering in single-phase polycrystalline materials to quantitative estimation of the maximum and average grain sizes in multiphase rocks is shown using five samples of metasandstones of zonally metamorphosed Ladoga series of the Paleoproterozoic of the Baltic Shield, which underwent different degrees of structural and textural transformations during ancient metamorphic events. The reliability of the data obtained using broadband optoacoustic spectroscopy was for the first time confirmed by independent scanning electron microscopy of the polished surfaces of all samples. The average and maximum grain sizes were estimated separately using the conventional method of line crossing from optical micrographs of thin sections performed for two selected samples, which also showed good agreement with the acoustic spectroscopy data. The proposed method of broadband optoacoustic spectroscopy for estimation of characteristic grain sizes of laboratory rock samples can be used to analyze the possible relationship between their structural features and thermobaric conditions of formation.

Keywords: broadband optoacoustic spectroscopy, longitudinal ultrasonic waves, attenuation coefficient, metasandstones, maximum and average grain size, scanning electron microscopy, optical microscopy