



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01N 25/56 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017121829, 21.06.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.06.2017

Дата регистрации:
22.05.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.06.2017

(45) Опубликовано: 22.05.2018 Бюл. № 15

Адрес для переписки:

121165, Москва, Г-165, а/я 15, ООО "ППФ-ЮСТИС", Пилишкиной Л.С.

(72) Автор(ы):

Истомин Владимир Александрович (RU),
Чувиллин Евгений Михайлович (RU),
Буханов Борис Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Автономная некоммерческая
образовательная организация высшего
образования "Сколковский институт науки
и технологий" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: Истомин В.А., Чувиллин Е.М.,
Махонина Н.А., Буханов Б.А. "Определение
температурной зависимости содержания
незамерзшей воды в грунтах по потенциалу
влаги". Криосфера Земли, 2009, номер 2, с.
35-43. Старостин Е.Г., Габышев А.Н.
"Исследование содержания незамерзшей
воды в цеолите по термограмме
замораживания". - НАУКА И
ОБРАЗОВАНИЕ, 2014, номер 1, (см. прод.)

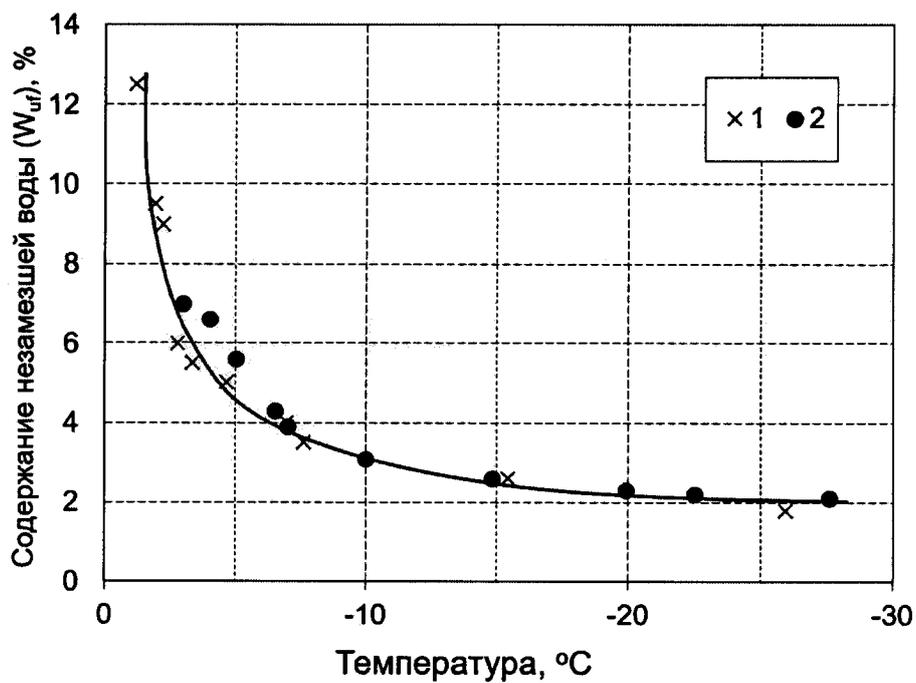
(54) Способ определения содержания незамерзшей воды в мерзлых грунтах

(57) Реферат:

Изобретение относится к геологии и к горным наукам, а именно к геокриологии, и позволяет определять содержание незамерзшей воды в различных минеральных и органогенных мерзлых грунтах, а также в мерзлых загрязненных породах, содержащих органические (нефть, нефтепродукты и др.) и солевые компоненты. Способ определения содержания незамерзшей воды в образце грунта в зависимости от температуры заключается в том, что полностью высушивают образец грунта, взвешивают его при положительной температуре, равномерно насыщают образец влагой до величины полной влагоемкости, затем проводят ступенчатое подсушивание образца, взвешивают образец на каждой ступени при той же температуре,

определяют по нему весовую влажность образца на каждой ступени. Также на каждой ступени при той же температуре измеряют термодинамическую активность поровой влаги. По измеренным значениям определяют отрицательные по Цельсию значения температуры, при которых имеет место фазовое равновесие льда с поровой влагой для образца с измеренными значениями активности и весовой влажности, и по полученным значениям определяют зависимость содержания незамерзшей воды в образце грунта от температуры, т.е. кривую незамерзшей воды. Технический результат – повышение точности определения содержания незамерзшей воды в мерзлых грунтах. 4 з.п. ф-лы, 2 ил., 6 табл.

Каолинитовая глина



Фиг. 1

(56) (продолжение):

с. 58-62. RU 2592915 C1, 27.07.2016. RU 2034110 C1, 30.04.1995. SU 968163 A1, 23.10.1982. SU 998929 A1, 23.02.1983. CN 102135513 B, 07.08.2013.

RU 2654832 C1

RU 2654832 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
G01N 25/56 (2006.01)

(21)(22) Application: **2017121829, 21.06.2017**

(24) Effective date for property rights:
21.06.2017

Registration date:
22.05.2018

Priority:

(22) Date of filing: **21.06.2017**

(45) Date of publication: **22.05.2018** Bull. № 15

Mail address:

121165, Moskva, G-165, a/ya 15, OOO "PPF-YUSTIS", Pilishkinoj L.S.

(72) Inventor(s):

**Istomin Vladimir Aleksandrovich (RU),
Chuvilin Evgenij Mikhajlovich (RU),
Bukhanov Boris Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Avtonomnaya nekommercheskaya
obrazovatel'naya organizatsiya vysshego
obrazovaniya "Skolkovskij institut nauki i
tekhnologij" (RU)**

(54) **METHOD FOR DETERMINING THE CONTENT OF UNFROZEN WATER IN FROZEN SOILS**

(57) Abstract:

FIELD: mining.

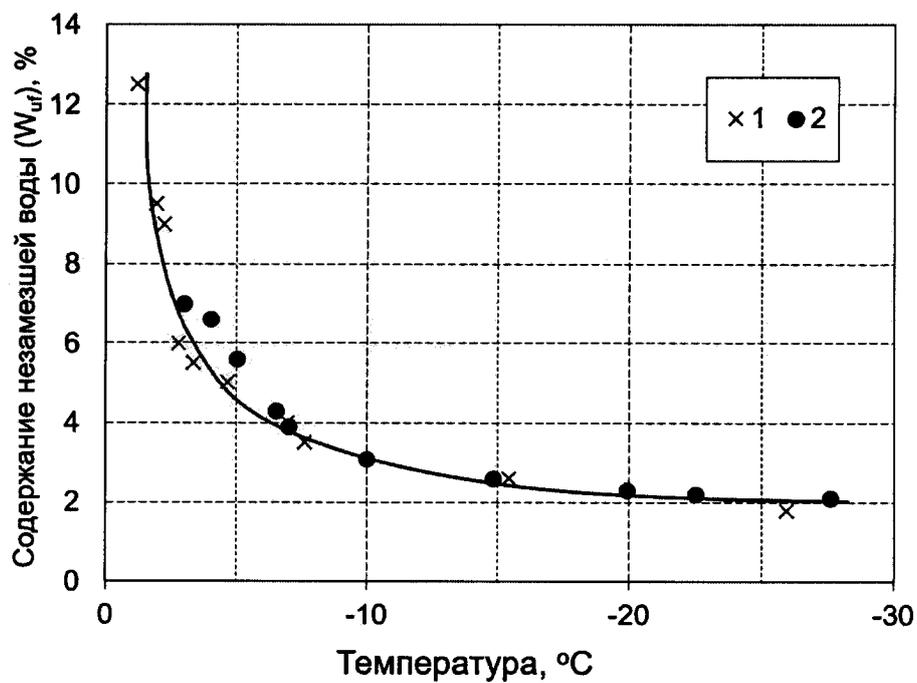
SUBSTANCE: invention relates to geology and to mining sciences, namely to geocryology, and allows to determine the content of unfrozen water in various mineral and organogenic frozen soils, as well as in frozen contaminated rocks containing organic (oil, oil products, etc.) and salt components. Method for determining the content of unfrozen water in a soil sample as a function of temperature is that the soil sample is completely dried, weigh it at a positive temperature, evenly saturate the sample with moisture until the value of the total moisture capacity, then a step drying of the sample is carried out, the sample is weighed on each step at the same temperature, and the

weight moisture of the sample is determined from each step. Thermodynamic activity of pore moisture is also measured at each stage at the same temperature. Measured values determine the negative temperature values of Celsius at which phase equilibrium of ice with porous moisture takes place for a sample with measured values of activity and moisture content, and the obtained values determine the dependence of the content of unfrozen water in the soil sample on temperature, i.e. the curve of unfrozen water.

EFFECT: increase the accuracy of determining the content of unfrozen water in frozen soils.

5 cl, 2 dwg, 6 tbl

Каолинитовая глина



Фиг. 1

RU 2654832 CS 2654832

RU 2654832 CS 1

Изобретение относится к геологии и к горным наукам, а именно к геокриологии, и позволяет определять содержание незамерзшей воды в различных минеральных и органических мерзлых грунтах, а также в горных породах, содержащих органические (нефть, нефтепродукты и др.) и минеральные загрязнители (соли).

5 Незамерзшая вода в мерзлых породах является существенным фактором, определяющим их физико-химические и механические свойства. Экспериментальные данные о неполном замерзании поровой влаги в мерзлых породах были получены еще в первой половине XX века. К настоящему времени разработан целый ряд экспериментальных методов определения содержания незамерзшей воды в мерзлых породах: калориметрический, ЯМР, диэлектрический, криоскопический, адсорбционный, контактный и др. (Ершов Э.Д., Акимов Ю.П., Чеверев В.Г., Кучуков Э.З. Фазовый состав влаги в мерзлых породах. - М.: МГУ, 1979. 189 с.; Чеверев В.Г. Природа криогенных свойств грунтов. - М.: Научный мир, 2004. 234 с.).

15 Многие из существующих на сегодняшний день методов определения незамерзшей воды отличаются значительной трудоемкостью. Кроме того, имеются проблемы принципиального (теоретического) характера при сопоставлении получаемых разными методами результатов. Это вызывает необходимость совершенствования современных методик, а также разработки более оперативных способов оценки фазового состояния влаги в мерзлых породах, пригодных для проведения массовых измерений.

20 Известен способ определения содержания незамерзшей воды в грунтах по изотермам сорбции-десорбции (В.Г. Чеверев, И.Ю. Видяпин, Р.Г. Мотенко, М.В. Кондаков. Определение содержания незамерзшей воды в грунтах по изотермам сорбции-десорбции. Ж. «Криосфера Земли», 2005, т. IX, №4, с. 29-33). Предварительно образцы грунта для сорбции высушивали, а образцы грунта для десорбции увлажняли до полной влагоемкости. Образцы размещали в объеме, в котором поддерживалось определенное давление паров воды. Масса влагонасыщенных образцов снижалась, масса сухих возрастала. Достижение постоянной массы образцов контролировали периодическим взвешиванием. Влажность образцов определяли в конце опыта методом сушки. Полученные изотермы сорбции-десорбции использовали для последующего пересчета на содержание незамерзшей воды.

30 Известный способ работает при положительной температуре, но является очень медленным, т.к. достижение равновесия (т.е. равновесного содержания влаги в образце при заданной влажности в объеме, где размещали образцы) является длительным процессом и занимает до двух недель.

35 Наиболее близким к предложенному является способ определения содержания незамерзшей воды в мерзлых грунтах по измеренным значениям химического потенциала поровой воды, раскрытый в работе (Истомин В.А., Чувилин Е.М., Махонина Н.А., Буханов Б.А. Определение температурной зависимости содержания незамерзшей воды в грунтах по потенциалу влаги // Криосфера Земли, 2009, №2, с. 35-43) [1], в которой дано подробное изложение термодинамики поровой влаги в пористых средах. В качестве стандартного состояния выбрана объемная фаза воды (переохлажденной воды при отрицательных по Цельсию температурах). Готовили несколько образцов различной влажности путем смешивания со снегом, взвешивали каждый образец три раза: в сухом виде, после насыщения влагой и после окончания эксперимента, измеряли химический потенциал поровой воды (относительно стандартного состояния) в зависимости от влажности образца при отрицательных по Цельсию температурах и по измеренным значениям рассчитывали кривую незамерзшей воды.

Недостатком способа является необходимость приготовления ряда образцов

различной влажности, при этом не обеспечивается распределение влаги по объему образцов, соответствующее ее равновесному распределению в грунте с незамерзшей водой в естественном состоянии, что негативно влияет на точность измерения химического потенциала поровой влаги.

5 Техническая проблема, на решение которой направлено настоящее изобретение, является создание оперативного и точного способа определения содержания незамерзшей воды в мерзлых грунтах.

Указанная проблема решается способом определения содержания незамерзшей воды в образце грунта в зависимости от температуры, заключающемся в том, что полностью
10 высушивают образец грунта, взвешивают его при температуре $t_{\text{изм}} > 0$, насыщают образец влагой, повторно его взвешивают, измеряют параметр поровой влаги и определяют по измеренным значениям зависимости содержания незамерзшей воды в образце грунта в зависимости от величины отрицательной по Цельсию температуры, при этом согласно изобретению насыщение образца влагой осуществляют до величины полной
15 влагоемкости, затем проводят ступенчатое подсушивание образца, повторное взвешивание образца осуществляют на каждой ступени при той же температуре $t_{\text{изм}}$, определяют по нему весовую влажность W_i образца на каждой i -той ступени, в качестве измеряемого параметра поровой влаги используют термодинамическую активность поровой влаги $a_i = a(W_i)$, измерение которой осуществляют на каждой ступени
20 подсушивания образца при температуре $t_{\text{изм}}$, по измеренным значениям определяют отрицательные по Цельсию значения температуры $t_{\text{eq}} < 0^\circ\text{C}$, при которых имеет место фазовое равновесие льда с поровой влагой для образца со значениями активности $a_i = a(W_i)$ и весовой влажности W_i , и по полученным значениям a_i определяют зависимость
25 содержания незамерзшей воды в образце грунта от отрицательной температуры t_{eq} , т.е. кривую незамерзшей воды.

Определение температуры t_{eq} фазового равновесия льда и поровой влаги в образце с активностью воды $a = a(W)$ можно осуществлять по соотношению

$$30 \quad t_{\text{eq}}(^{\circ}\text{C}) = 103,25 \cdot \ln a + 5,57 \cdot (1-a)^2$$

или по построенным заранее калибровочным кривым, связывающим активность поровой воды в образце с температурой фазового равновесия ее со льдом.

Кроме того, можно проводить измерения активности воды в образце заданной
35 влажности W_i при нескольких положительных по Цельсию температурах и получать температурную зависимость активности a_i с ее последующей экстраполяцией на область отрицательных по Цельсию температур.

При этом экстраполяцию температурной зависимости активности воды от температуры (при каждой исследуемой влажности образца) можно осуществлять,
40 например, по зависимости $a = a(T) = \alpha + \frac{\beta}{T}$. Экстраполяцию можно проводить при наличии как минимум значений активности воды в образце заданной влажности при двух температурах T (в Кельвинах); α , β , - эмпирические коэффициенты, определяемые по полученным данным из значения для каждой зависимости

45 Кроме того, взвешивание образца на каждой ступени целесообразно проводить до и после измерения термодинамической активности поровой влаги a_i и в случае различия значений весовой влажности образца W_i до и после измерения более чем 0,2% весовую

влажность W_i определяют как среднее значение весовой влажности до и после измерения термодинамической активности поровой влаги.

Технический результат, достигаемый предложенным способом, заключается в упрощении способа за счет использования всего одного образца вместо нескольких, а также в повышении точности измерений, поскольку в процессе испарения влаги из образца грунта при его подсушивании воспроизводится состояние грунта с тем же количеством незамерзшей водой, находящейся в равновесном состоянии со льдом в естественных условиях.

В предложенном способе ранее известная методика [1] упрощена для широкой области отрицательных температур (до -15°C , а для ряда грунтовых сред до -20°C) и представляет собой экспресс-метод определения температурной зависимости количества незамерзшей воды $W_{\text{цф}}$ по измеренным значениям термодинамической активности поровой влаги a при положительной по Цельсию температуре.

По аналогии с водными растворами активность поровой влаги $a=a(t, W)$ грунтовой системы (заданной влажности W при температуре t) определяется по соотношению:

$$a = \frac{P_{\text{wпор}}}{P_{\text{w}}}, \quad (1)$$

где - $P_{\text{wпор}}$ - парциальное давление водяных паров над исследуемым образцом влажности W ;

- P_{w} - давление паров над объемной фазой жидкой воды.

Из определения (1) следует, что a - безразмерная величина. Она зависит от влажности образца и, строго говоря, от температуры, т.е. $a=a(t, W)$. Для гидрофильных систем (грунтов) $a < 1$, а при увеличении влажности образца $a \rightarrow 1$.

Как показывает проведенный термодинамический анализ имеющихся экспериментальных данных, для расчета содержания незамерзшей воды в диапазоне температур от 0°C до минус 15°C для многих грунтовых систем практически можно в хорошем приближении пренебречь температурной зависимостью активности поровой влаги, т.е. сделать допущение, что a является только функцией W .

Из экспериментальных данных по активности поровой влаги в грунтовом образце с заданной влажностью W (измеряется в массовых процентах по отношению к сухому образцу) необходимо выполнить расчет температуры $t_{\text{eq}} (< 0^{\circ}\text{C})$, при которой поровая влага будет находиться в равновесии с объемной фазой льда (как и в случае определения содержания незамерзшей воды от температуры контактным методом). При этой температуре влажность образца W становится равной содержанию незамерзшей воды $W_{\text{нз}}$, т.е. $W=W_{\text{нз}}$. Для такого пересчета необходимо иметь соотношение для разности свободных энергий Гиббса (разности химических потенциалов) между жидкой (переохлажденной водой) и объемной фазой льда, которое было представлена ранее [1].

В диапазоне $0,6 \leq a \leq 1,0$ с использованием термодинамических соотношений из работы [1], была получена удобная в практическом отношении расчетная формула равновесной температуры t_{eq} (по Цельсию) для измеренной активности воды $a=a(W)$ в образце:

$$t_{\text{eq}} (^{\circ}\text{C}) = 103,25 \cdot \ln a + 5,57 \cdot (1 - a)^2. \quad (2)$$

Формула (2) выражает связь между влажностью образца (через активность a поровой влаги) и равновесной температурой, т.е. температурой, при которой поровая вода в образце заданной влажности W находится в термодинамическом фазовом равновесии

с объемной фазой льда. Иначе говоря, таким способом получается кривая незамерзшей воды, поскольку установлена связь между содержанием незамерзшей воды (W_{wf}) и отрицательной температурой образца (при которой имеет место равновесие поровой влаги со льдом).

5 Экспериментальное определение активности поровой влаги в образце осуществлялось следующим образом.

На сегодняшний день имеются различные инструментальные средства для измерения термодинамической активности поровой влаги. Одним из удобных приборов является WP 4T, разработанный компанией Decagon Devices (США) (Campbell G.S., Smith D.M.,
10 Teare B.L. Application of a Dew Point Method to obtain the soil water characteristic // Springer Proceedings in Physics. 2007. №112, p. 71-77). Измерительная система данного прибора основана на определении давления паров воды над влажным грунтом по методу «точки росы». Этот прибор определяет термодинамическую активность воды a в пористых средах. С учетом всех видов погрешности точность определения активности поровой
15 влаги при $0,7 \leq a \leq 0,9$ оценивается на уровне $\sim 0,025$, а при $0,9 < a < 1,0$ - не более 0,01.

Для экспериментального определения активности влаги готовили образцы грунта диаметром 3,8 см и высотой 0,5-1,0 см, которые насыщали влагой и подсушивали ступенчато. На каждой ступени проводили измерение активности поровой влаги предпочтительно при комнатной температуре.

20 При проведении замеров активности влаги в грунтовых образцах на каждой ступени для автоматизации процесса получения, накопления и обработки данных прибор WP 4T подключали к компьютеру через стандартную программу Hyper Terminal.

Для обеспечения высокой производительности серию измерений начинали на грунтовом образце с максимальной влагонасыщенностью, затем после каждого
25 измерения влагосодержащий образец ступенчато подсушивали (на 1-2%) в эксикаторе с хлоридом кальция. Таким образом, проводили не менее 6-7 измерений активности воды в образце с различным его влагосодержанием. Контроль влажности в процессе подсушивания осуществляли путем взвешивания образца на электронных весах с дискретностью 0,001 г, также контроль влажности осуществляли до и после серии
30 измерения активности поровой влаги. Функционал прибора WP-4T позволяет проводить измерения активности поровой влаги не только при комнатной температуре ($\sim 25^\circ\text{C}$), но и в диапазоне температур от $+15$ до $+40^\circ\text{C}$. Поэтому для данного диапазона температур можно получить зависимость активности поровой влаги от температуры. В итоге получали зависимость активности поровой влаги от весовой влажности $a=a(W)$.

35 Как показали тестовые измерения, в большинстве случаев эта температурная зависимость активности поровой влаги (при фиксированной влажности образца) является слабой. Ее стоит принимать во внимание только для некоторых глинистых образцов с малым влагосодержанием, где в поровом пространстве содержится преимущественно связанная (адсорбционная) вода или заметное количество «межслоевой
40 воды». Также ее следует учитывать для искусственных пористых сред с микропорами (и нанопорами). Во многих других случаях для диапазона рассматриваемых температур этой зависимостью (активности поровой влаги от температуры) можно пренебречь.

При необходимости учета температурной зависимости активности воды ее измерения в образце заданной влажности проводят при двух или более положительных по Цельсию
45 температурах с последующей экстраполяцией температурной зависимости активности на область отрицательных по Цельсию температур.

Для измерения термодинамической активности поровой влаги в образцах могут использоваться и другие приборы, например тензиометр, пьезометр, психрометр с

термопарами, гигрометр или датчик порового давления. Эти приборы либо непосредственно измеряют относительную влажность, т.е. активность поровой воды (см. определение активности), либо она пересчитывается из измеряемой величины известными в литературе методами.

5 В качестве объекта исследования использовались глинистые грунты различного состава - полиминеральная глина и каолинистая глина. Их гранулометрический состав определяли ареометрическим методом, а минеральный - методом рентгеновской дифрактометрии. Результаты определения гранулометрического и минерального состава представлены в таблице 1.

10 Таблица 1. Гранулометрический и минеральный состав исследуемых образцов

Тип грунта	Распределение частиц по фракциям, %							Минеральный состав, %	Засоленность, %
	1 – 0,5мм	0,5 – 0,25мм	0,25 – 0,1мм	0,1 – 0,05мм	0,05 – 0,01мм	0,01 – 0,005мм	<0,005мм		
Полиминеральная глина	1	2	13	15	22	13	34	Кварц -45; Микроклин -9; Иллит -9; Каолин -5; Рентгеноаморфное вещество -28.	0,19
Каолинистая глина	1	1	0	3	19	11	65	Каолин -92; Кварц -6; Мусковит -2.	0,04

Из представленных данных (табл. 1) следует, что в минеральном составе полиминеральной глины преобладают зерна кварца (45%), в меньшем количестве содержатся микроклин (9%), иллит (8%), каолин (5%), гидрослюда (2%), а также тонкодисперсная (рентгеноаморфная) субстанция (28%). Пылевато-глинистая фракция полиминеральной глины составляет 69% из которых глинистая фракция составляет 34%. В составе каолинистой глины преобладает минерал каолин (92%), содержание пылевато-глинистой фракции составляет 92%, из которых глинистые частицы (<0,005 мм) составляют 65%. Содержание водорастворимых солей в образцах полиминеральной и каолинистой глины незначительно: 0,19% и 0,04% соответственно. Удельная активная поверхность дисперсных грунтов, полученные сорбционным методом по азоту, составила 26 м²/г для полиминеральной глины и 12 м²/г для каолинистой глины.

Содержание незамерзшей воды в исследуемых грунтах в зависимости от температуры экспериментально определяли также контактным методом, который является эталонным. Этот известный метод основан на определении равновесного влагосодержания грунта, которое достигается при непосредственном контакте сухой грунтовой пластины с двумя пластинами льда в течение одной-двух недель (Фазовый состав пород влаги в мерзлых породах / Под ред. Э.Д. Ершова. М.: МГУ, 1979, 192 с.;

Новые методы исследования состава, строения и свойств мерзлых пород / Под ред. С.Е. Гречищева, Э.Д. Ершова. - М.: Недра, 1983, 140 с.; Лабораторные методы исследования мерзлых пород / Под ред. Э.Д. Ершова. - М.: МГУ, 1985, 350 с.).
 Результаты определения содержания незамерзшей воды контактным методом
 5 представлены в таблице 2.

Таблица 2. Содержание незамерзшей воды в исследуемых грунтах (контактный метод).

Т, °С	W _{нф} , %
Полиминеральная глина	
-1,6	9,1
-1,7	9,4
-2,5	8,8
-2,8	7,7
-4	7,3
-7	6,5
-10	5,4
-14	4,4
-22	4,2
Каолинитовая глина	
-3	7,0
-4	6,6
-5	5,6
-6,5	4,3
-7	3,9
-10	3,1
-14,8	2,6
-19,9	2,3
-22,5	2,2
-27,6	2,1

По предложенному способу содержание незамерзшей воды по экспериментальным значениям активности поровой влаги определяли следующим образом.

На первом шаге экспериментально определяли зависимость активности поровой
 35 влаги a от влагосодержания W (% мас.) дисперсной среды при комнатной температуре, как уже описано выше. При этом начальное значение влажности грунтового образца задают значением, близким (несколько ниже) к величине полной влагоемкости. После замера активности поровой влаги на приборе образец ступенчато подсушивали, при этом проводили не менее 6-7 ступеней подсушивания. Определение влажности и
 40 активности поровой влаги образца осуществляли при каждом подсушивании. В нашем случае использовался прибор WP 4Т. Взвешивание образца и определение весовой влажности образца W проводили на каждой ступени до и после измерения активности поровой влаги. В случае различия значений весовой влажности образца до и после измерения более чем 0,2% весовую влажность определяли как среднее значение весовой
 45 влажности до и после измерения активности поровой влаги.

На втором шаге с использованием экспериментальных данных активности поровой влаги при различной влажности грунтового образца по формуле (3) определяли равновесную температуру t_{eq} , (в °С), соответствующую равновесию между поровой

влажностью в образце влажности W и объемной фазой льда. Таким образом, получали взаимосвязь отрицательной температуры (t_{eq}) и равновесного содержания жидкой фазы в мерзлых дисперсных средах, т.е. температурную зависимость содержания незамерзшей воды (W_{uf}).

Используя предложенный выше подход, были выполнены расчеты содержания незамерзшей воды для двух глинистых грунтовых сред и проведено сравнение с экспериментальными данными по контактному методу.

При помощи прибора WP-4T с использованием предложенного способа была получена экспериментальная зависимость активности поровой влаги a от весового влагосодержания (W , % мас.) образца. Результаты представлены в Таблице 3.

Таблица 3. Значения активности поровой влаги глинистых грунтов в зависимости от влажности при +25 °С.

W , %	a , д. ед.
Полиминеральная глина	
3,7	0,719
4,5	0,790
5	0,893
5,8	0,913
7	0,966
7,9	0,971
9,5	0,984
9,9	0,987
1,8	0,776
Каолинитовая глина	
2,6	0,860
3,5	0,928
4,0	0,935
5,0	0,956
5,5	0,968
6,0	0,973
9,0	0,979
9,5	0,982
12,5	0,989
17,0	0,993
21,0	0,996

В экспериментах использовались весы дискретностью 0,001 г, что позволяет проводить измерения влагосодержания дисперсных сред с точностью ~0,1%.

В результате проведенных расчетов по формуле (3) была получена зависимость между содержанием жидкой фазы (W , %) и отрицательной температурой (t_{eq} , °С), при которой данное количество жидкой фазы будет находиться в фазовом равновесии с

объемной твердой фазой льда, представленная в таблице 4.

Таблица 4. Результаты расчета равновесной температуры для образцов полиминеральной и каолиновой глины с различным влагосодержанием

$W, \%$	a , д.ед.	$t_{eq}, ^\circ\text{C}$
Полиминеральная глина		
3,7	0,719	-33,6
4,5	0,790	-24,2
5	0,893	-11,6
5,8	0,913	-9,3
7	0,966	-3,6
7,9	0,971	-3,0
9,5	0,984	-1,6
9,9	0,987	-1,4
Каолиновая глина		
1,8	0,776	-25,9
2,6	0,860	-15,4
3,5	0,928	-7,6
4,0	0,935	-7,0
5,0	0,956	-4,7
5,5	0,968	-3,4
6,0	0,973	-2,8
9,0	0,979	-2,2
9,5	0,982	-1,9
12,5	0,989	-1,2
17,0	0,993	-0,7
21,0	0,996	-0,4

Таким образом, через значения активности влаги устанавливали связь равновесного содержания жидкой фазы в дисперсных льдосодержащих средах W_{wf} от отрицательной температуры ($t_{eq}, ^\circ\text{C}$), т.е. кривую незамерзшей воды.

Таким образом, для исследуемых глинистых грунтов построены графические зависимости содержания незамерзшей воды (W_{wf}) от температуры ($t_{eq}, ^\circ\text{C}$), приведенные на чертежах.

На фиг. 1 приведена графическая зависимость незамерзшей воды (W_{wf}) от температуры ($t_{eq}, ^\circ\text{C}$) для полиминеральной глины: 1 - значения, полученные предложенным способом, 2 - значения, полученные контактным методом [3].

На фиг. 2 приведена графическая зависимость незамерзшей воды (W_{wf}) от температуры ($t_{eq}, ^\circ\text{C}$) для каолиновой глины: 1 - значения, полученные предложенным способом, 3 - значения, полученные контактным методом [3].

Линии - аппроксимация содержания незамерзшей воды по результатам предложенного

способа.

Сопоставление расчетных и экспериментальных данных содержания незамерзшей воды в полиминеральной и каолиновой глинах показывают хорошую согласованность между предложенным способом и контактными методами. В рассматриваемом примере согласованность имеет место в широком диапазоне отрицательных температур, вплоть до температуры -27°C . Максимальное расхождение между данными, полученными предложенным способом и контактными методами, - не более 0,5%, что сопоставимо с точностью контактного метода.

Следует отметить, что для получения температурной зависимости содержания незамерзшей воды в мерзлых породах до -15°C в рамках предложенного экспресс-метода достаточно 7-8 ч. Таким образом, предлагаемый способ определения содержания незамерзшей воды в мерзлых грунтах в сравнении с существующими экспериментальными методами характеризуется оперативностью и сопоставимой точностью.

Также проводились экспериментальные исследования активности поровой воды в искусственных пористых средах, где обнаруживается достаточно четкая температурная зависимость активности воды от температуры при заданной влажности образца. Например, проведены аналогичные предыдущим эксперименты на образцах с калиброванным диаметром цилиндрических пор (glass beads - бусинки), в частности с диаметром цилиндрических пор, равным 300 А (glass beads 300). Результаты измерений активности при двух температурах (288 К и 308 К) представлены ниже в таблице 5.

Таблица 5. Экспериментальные значения активности поровой влаги в образце с калиброванными порами (диаметром 300 А) в зависимости от его влажности при двух температурах

W %	а, доли единицы	
	T=288 К	T=308 К
4,2	0,868	0,906
7,5	0,916	0,939
12,8	0,933	0,947

Экстраполяцию на отрицательные по Цельсию температуры значений активности $a=a(T)$ поровой воды можно проводить известными методами, например с использованием различных функциональных зависимостей: двухпараметрических (если экспериментально получены значения активности при двух температурах) и многопараметрических (если экспериментально получены значения активности при трех и более температурах).

Поскольку в таблице 5 приведены данные по активности поровой воды при двух температурах, то в данном случае следует использовать двухпараметрические зависимости, например формулу $a = a(T) = \alpha + \frac{\beta}{T}$, где α и β эмпирические коэффициенты.

Для их определения составляем систему двух уравнений

$$a_1 = a(T_1) = \alpha + \frac{\beta}{T_1},$$

$$a_2 = a(T_2) = \alpha + \frac{\beta}{T_2}.$$

Решая эту систему, находим β по формуле:

$$\beta = -\frac{T_1 \cdot T_2 (a_2 - a_1)}{T_2 - T_1}$$

Зная β , по любому из этих двух уравнений находим α .

После этого по формуле (2) проводим расчет равновесной со льдом температуры, т.е. получаем кривую незамерзшей воды.

В рассматриваемом случае $T_1=288$ К, $T_2=308$ К.

Результаты расчетов по экспериментальным данным (таблица 5) представлены в таблице 6.

Таблица 6. Расчет кривой незамерзшей воды для искусственной пористой среды (равновесие с поровой воды со льдом)

W, %	α	β	Активность a при равновесной (отрицательной по Цельсию) температуре)	Равновесная со льдом температура, °C
4,2	1,45	-168,5	0,766	-26,8
7,5	1,27	-102,0	0,877	-13,4
12,8	1,15	-62,1	0,915	-9,3

Поясним результаты, приведенные в таблице 6. Из таблицы видно, что при температуре минус 26,8°C содержание незамерзшей воды W в образце составляет 4,2%, при температуре минус 13,4°C содержание незамерзшей воды будет 7,5%, а при температуре минус 9,3°C ее содержание будет 12,8%.

Сравнение активностей воды при отрицательной по Цельсию температуре (таблица 6) с активностью воды, измеренной при положительных по Цельсию температурах (таблица 5) показывает в данном случае их существенную температурную зависимость. Таким образом, для образцов с микро- и нанопорами уже необходим учет температурной зависимости активности воды в образце (причем, при каждой влажности образца имеет место своя температурная зависимость).

(57) Формула изобретения

1. Способ определения содержания незамерзшей воды в образце грунта в зависимости от температуры, заключающийся в том, что полностью высушивают образец грунта, взвешивают его при температуре $t_{\text{изм}} > 0^\circ\text{C}$, насыщают образец влагой, повторно его взвешивают, измеряют параметр поровой влаги и определяют по измеренным значениям содержание незамерзшей воды в образце грунта в зависимости от величины отрицательной по Цельсию температуры, отличающийся тем, что насыщение образца влагой осуществляют до величины полной влагоемкости, затем проводят ступенчатое подсушивание образца, повторное взвешивание образца осуществляют на каждой

ступени при той же температуре $t_{\text{изм}}$, определяют по нему весовую влажность W_j образца на каждой ступени, в качестве измеряемого параметра поровой влаги используют термодинамическую активность поровой влаги a_i , измерение которой осуществляют на каждой ступени подсушивания образца при температуре $t_{\text{изм}}$, по измеренным значениям определяют отрицательные по Цельсию значения температуры $t_{\text{eq}} < ^\circ\text{C}$, при которых имеет место фазовое равновесие льда с поровой влагой для образца со значениями активности $a_i = a(W_i)$ и весовой влажности W_i , по полученным значениям a_i осуществляют определение зависимости содержания незамерзшей воды в образце грунта от отрицательной температуры t_{eq}

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что определение температуры t_{eq} фазового равновесия льда и поровой влаги с активностью a осуществляют по соотношению $t_{\text{eq}} (^\circ\text{C}) = 103,25 \cdot \ln a + 5,57 \cdot (1-a)^2$.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что проводят измерения активности воды в образце заданной влажности W_i повторно при нескольких положительных по Цельсию температурах, получают температурную зависимость активности a_i с ее последующей экстраполяцией на область отрицательных по Цельсию температур.

4. Способ по п. 3, отличающийся тем, что экстраполяцию температурной зависимости активности поровой влаги на область отрицательных по Цельсию температур при

каждом значении влажности W_i образца осуществляют по зависимости $a = a(T) = \alpha + \frac{\beta}{T}$

при наличии измерений как минимум при двух температурах, где

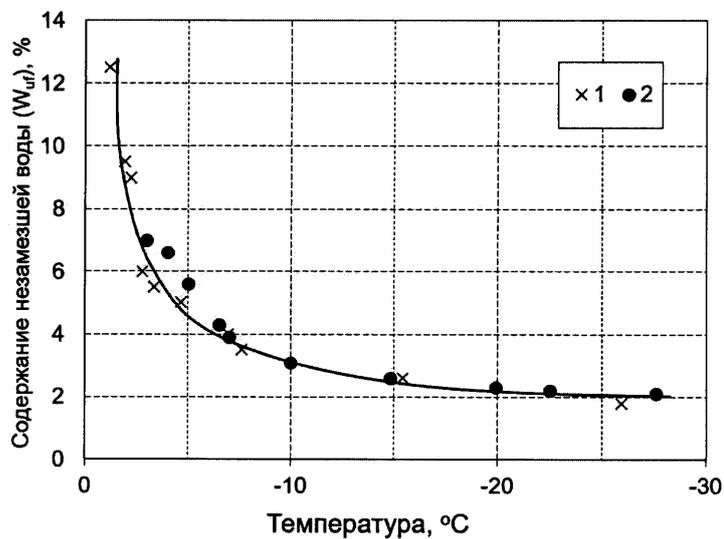
α, β , - эмпирические коэффициенты, определяемые по полученным данным из значения для каждой зависимости,

T - температура по Кельвину.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что взвешивание образца на каждой ступени проводят до и после измерения термодинамической активности поровой влаги a_i и в случае различия значений весовой влажности образца W_i до и после измерения более чем 0,2% весовую влажность W_i определяют как среднее значение весовой влажности до и после измерения термодинамической активности поровой влаги a_i .

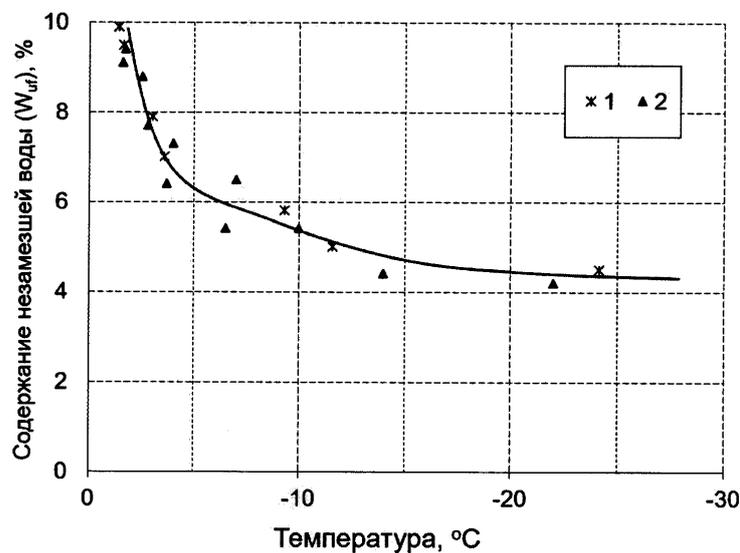
Способ определения содержания
незамёрзшей воды в мерзлых грунтах

Каолинитовая глина



Фиг. 1

Полиминеральная глина



Фиг. 2