

QUANTITATIVE
MICROSTRUCTURE
ANALYSIS OF ROCKS
BY THE PROCESSING
OF THEIR SCANNING-
ELECTRON MICROSCOPE
(SEM) IMAGES

V. N. SOKOLOV

The questions on quantitative microstructural characteristics of rocks by SEM image processing are considered. The implementation of this method enables us to perform a quick estimation of the rock engineering-geological properties and to predict their variations under the different natural and artificial influences.

Рассмотрены вопросы количественного изучения микроструктуры горных пород с помощью компьютерного анализа их изображений в растровом электронном микроскопе (РЭМ-изображений). Использование этого метода позволяет быстро оценивать инженерно-геологические свойства горных пород и давать прогноз их изменения под влиянием различных природных и техногенных воздействий.

© Соколов В.Н., 1997

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ МИКРОСТРУКТУРЫ ГОРНЫХ ПОРОД ПО ИХ ИЗОБРАЖЕНИЯМ В РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

В. Н. СОКОЛОВ

Московский государственный университет
им. М.В. Ломоносова

ВВЕДЕНИЕ

Структура наряду с минеральным составом является одним из основных факторов, определяющих свойства горных пород. В связи с этим понятен интерес исследователей к методам ее изучения. Особую трудность обычно вызывает исследование структуры тонкодисперсных пород, например глинистых, которые сложены частицами глинистых минералов микронного и субмикронного размеров. Так как подобные структурные элементы можно увидеть лишь под мощным оптическим или электронным микроскопом, то в данном случае правильнее говорить о микроструктуре породы. В одной из статей [3] мы познакомили читателей с растровым электронным микроскопом (РЭМ), с помощью которого изучается микроструктура тонкодисперсных горных пород. В этой статье будут рассмотрены новые методы анализа микроструктуры, позволяющие не только увидеть тончайшие минеральные частицы, их взаимное расположение, характер контактов между ними, поры, микротрещины, но и дать количественную оценку основным микроструктурным показателям, которые в основном и определяют свойства горных пород. Методы микроструктурных исследований с использованием РЭМ разделяются на планиметрические и стереометрические.

ПЛАНИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

В основе планиметрических методов лежит изучение плоских сечений образца: шлифов (тончайшие пластинки горных пород толщиной в несколько десятков микрон, отполированные с обеих сторон), аншлифов (кусочки горной породы, отполированные с одной стороны), плоских сколов. При этом характеристики микроструктуры определяются с помощью измерений, проводимых на плоскости наблюдения.

Бурное развитие планиметрические методы получили после внедрения в практику микроструктурных исследований растровой электронной

микроскопии и вычислительной техники. Были разработаны специальные устройства – анализаторы изображений, позволяющие быстро и с высокой точностью оценивать по плоским РЭМ-изображениям размер и форму структурных элементов, их ориентацию. Стало возможным определять пористость и размер частиц. К сожалению, все эти методы имеют существенные недостатки, главным из которых является то, что анализ микроструктуры обычно проводят при одном фиксированном увеличении, что не позволяет изучать образцы горных пород с неодинаковым размером структурных элементов: пор и частиц. Возникают также проблемы достоверности и представительности результатов, получаемых с помощью этих методов. Дело в том, что результаты количественного анализа, полученные по одному участку, могут быть перенесены на весь образец только в случае однородности его микроструктуры, то есть когда в любом месте образца при любом заданном увеличении повторяется один и тот же структурный мотив (характерный набор структурных элементов определенной формы, размера и взаимного расположения).

Важным условием успешного проведения количественного анализа микроструктуры по РЭМ-изображениям является корректная подготовка образцов и выбор оптимальных режимов работы РЭМ. При проведении количественного анализа микроструктуры горных пород должны выполняться следующие основные требования.

1. Подготовка образцов для анализа не должна искажать их реальную микроструктуру.

2. Необходимо выбирать такой режим работы РЭМ, который обеспечит получение изображений, с одной стороны в максимальной степени отражающих истинную микроструктуру образца, а с другой – отвечающих формальным требованиям анализа, то есть получению бинарного (черно-белого) изображения.

3. Для распространения количественных результатов, полученных по одному “точечному” определению на весь образец, его микроструктура должна оставаться однородной.

4. Для получения достоверных количественных показателей микроструктуры горных пород по их РЭМ-изображениям необходимо использование корректного алгоритма, учитывающего специфику анализируемых образцов и позволяющего проводить оценку размера, формы и ориентации структурных элементов во всем диапазоне встречаемых размеров, то есть при разных увеличениях.

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ И ВЫБОР РЕЖИМОВ РАБОТЫ РЭМ

В связи с тем что камера образцов РЭМ находится в глубоком вакууме, образцы перед исследованием должны быть обезвожены. Поэтому, когда изуча-

ют образцы, обладающие естественной высокой влажностью и дающие большую усадку при высыхании, следует применять специальные методы сушки. Для сильно водонасыщенных пород, таких, как молодые илы, увлажненные глины, почвы, торфа, хорошо себя зарекомендовала вакуумная морозная сушка [2]. Суть методики заключается в быстром замораживании образца в жидком азоте при температуре –196°С, в результате вся влага, содержащаяся в порах породы, превращается в аморфный лед без объемного расширения. В дальнейшем лед удаляют из породы с помощью сублимации в вакууме при низкой температуре. Лед испаряется, а минеральные частицы остаются в том положении, в котором они находились во влажной породе, и таким образом микроструктура образца не нарушается. Образцы, высушивание которых не сопровождается усадкой и искажением микроструктуры, например такие скальные горные породы, как гранит, базальт, известняк, могут быть обезвожены с помощью любого доступного способа.

После высушивания образцов возникает проблема получения ненарушенной поверхности, в максимальной степени отражающей реальную микроструктуру образца. Лучшие результаты достигаются при просмотре аншлифов, пропитанных люминесцирующим полимером (органическое вещество, которое светится при попадании на него электронов или других элементарных частиц). Если микроструктура однородна и изотропна, то можно изучать любое случайное сечение. Если микроструктура однородна и анизотропна (то есть имеется преимущественная ориентация структурных элементов в том или ином направлении), то лучше изучать сечение, перпендикулярное напластованию, так как в этом случае одновременно можно изучать размер, форму и ориентацию структурных элементов. В некоторых случаях хорошие результаты получаются при просмотре непропитанных полированных аншлифов или зачищенных плоских поверхностей. Зачистку производят с помощью наждачной бумаги, а очистку поверхности от смещенных минеральных частиц – с помощью клейкой ленты.

Не менее важным при проведении количественного анализа микроструктуры является и выбор правильного режима работы РЭМ. При просмотре аншлифов, пропитанных люминесцирующим полимером, следует использовать режим катодолюминесценции – КЛ (рис. 1, *а*). При изучении непропитанных аншлифов (рис. 1, *б*) и зачищенных поверхностей (рис. 1, *в*), на которых четко различаются границы между частицами и глубокими порами, можно использовать режим вторичных электронов или режим упругоотраженных электронов. В результате соблюдения требований по подготовке образцов и правильному выбору режимов работы РЭМ формируется изображение с четкими

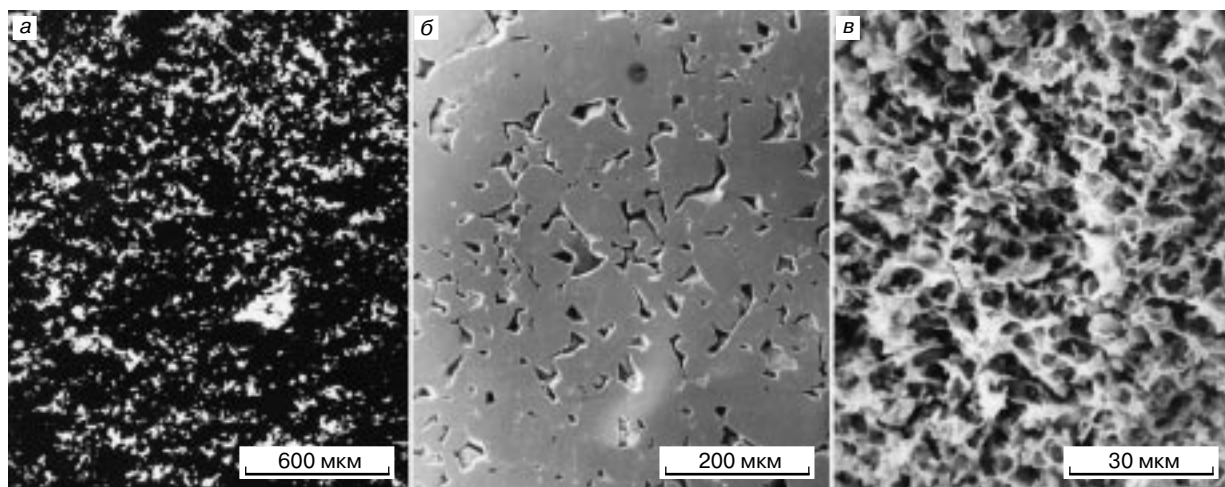


Рис. 1. РЭМ-фотографии образцов горных пород: а – аншлиф образца лесса, пропитанный люминесцирующим полимером, изображение получено в режиме катодолюминесценции; б – непропитанный аншлиф образца песчаника; в – зачищенная поверхность образца морского ила; изображения (б) и (в) получены в режиме вторичных электронов

границами между порами и частицами, которое в дальнейшем и подвергается анализу.

ПРОВЕДЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Количественный анализ микроструктуры горных пород по РЭМ-изображениям, удовлетворяющий всем перечисленным требованиям, реализуется с помощью пакета прикладных программ “СТИМАН” [4]. Данный метод позволяет проводить исследование микроструктуры по серии разномасштабных изображений, охватывающих весь диапазон изменения размеров имеющихся в породе структурных элементов. Анализ предшествует тестированию микроструктуры на однородность [2]. Если микроструктура оказывается однородной, то результаты анализа будут отражать усредненные значения показателей микроструктуры всего образца. Если при тестировании окажется, что микроструктура породы неоднородна, то получаемые результаты будут соответствовать микроструктуре только в данной конкретной точке.

Алгоритм проведения количественного анализа микроструктуры горных пород по их РЭМ-изображениям с помощью программы “СТИМАН” включает следующие операции.

1. Выбор случайного участка поверхности образца, номер которого задается генератором случайных чисел.
2. Выбор режима работы РЭМ и типа изучаемого элемента изображения (пора или частица)
3. Съемка и оцифровка РЭМ-изображений с требуемым разбиением.
4. Последовательный обход каждого структурного элемента на изображении, измерение его пе-

риметра, площади и формирование массивов площадей, периметров и числа пор (частиц).

Полученные массивы данных являются исходными для статистической обработки результатов. В ходе анализа могут быть получены сведения о размере и форме структурных элементов, можно оценить ориентацию структурных элементов в пространстве, определить пористость, коэффициент извилистости поровых каналов, фильтрационную проницаемость, удельную поверхность, рассчитать интегральные параметры микроструктуры [2]. Специальная подпрограмма статистической обработки позволяет строить гистограммы распределения структурных элементов по различным параметрам: эквивалентным диаметрам, площадям, суммарным площадям, периметрам, гидравлическим радиусам, коэффициенту формы, получать зависимость коэффициента формы пор или частиц от их площади, выделять на гистограммах отдельные категории пор и определять их вклад в общую пористость грунта. Важным преимуществом описанного метода является его высокая скорость. Для получения практически всех микроструктурных показателей с помощью количественного анализа РЭМ-изображений требуется всего несколько минут, тогда как на определение лишь некоторых микроструктурных характеристик горных пород существующими традиционными методами необходимо затратить от нескольких дней до недель.

На рис. 2 приведены результаты количественного анализа микроструктуры образца лессовой породы, отобранной с глубины 6 м в г. Запорожье (Украина). Благодаря особой микроструктуре эта порода обладает высокой просадочностью, то есть резким уменьшением объема породы при увлажнении под

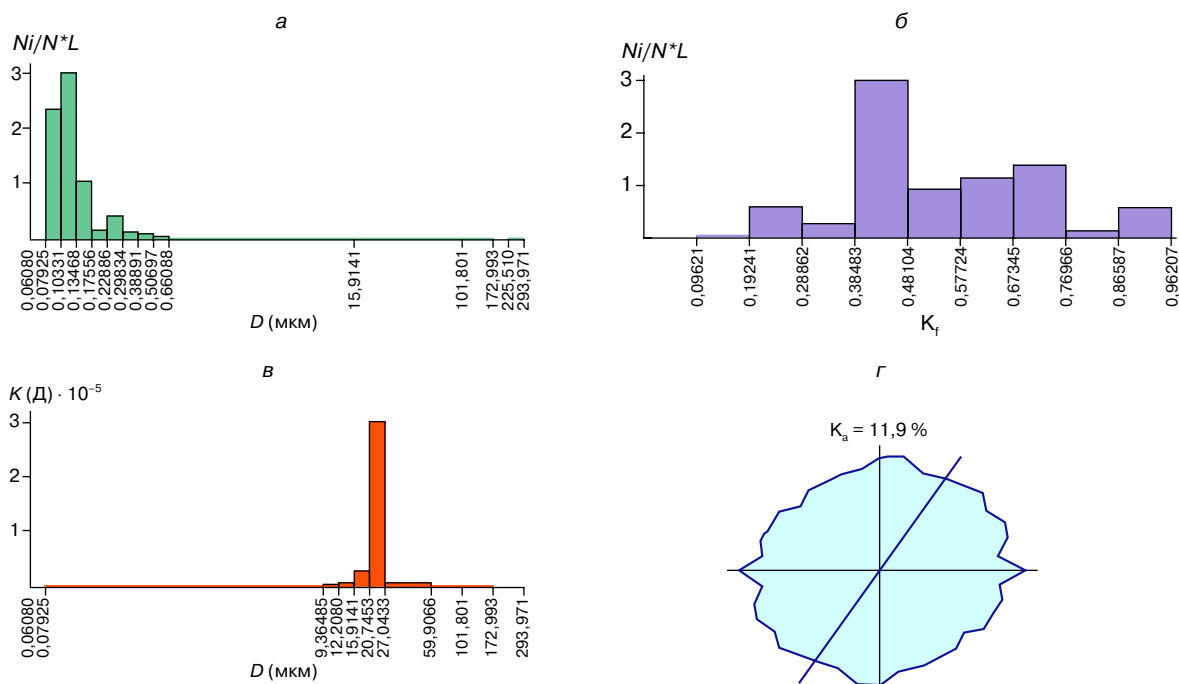


Рис. 2. Результаты количественного анализа микроструктуры образца лессовой породы: а – гистограмма распределения пор по эквивалентным диаметрам; б – гистограмма распределения пор по фактору формы; в – диаграмма долевого участия пор в фильтрации; г – роза ориентации структурных элементов

нагрузкой. Подобные процессы часто могут вызывать катастрофические разрушения инженерных сооружений. Микроструктура исследуемой породы показана на РЭМ-фотографии образца, полученной в режиме КЛ (см. рис. 1, а). Светлые участки на этом изображении соответствуют порам, заполненным люминесцирующим полимером, а темные – минеральным частицам. Из данных, полученных при анализе микроструктуры полидисперсной лессовой породы по РЭМ-изображениям в широком диапазоне увеличений от 50 до 25 600 раз, следует, что пористость исследуемой породы равна 43,66%, а удельная поверхность – 1,75 мкм⁻¹. Ниже приведены результаты анализа микроструктуры образца lrdc6

Число пор	3 757 653
Пористость, %	43,66
Общая площадь пор, мкм ²	1,0346 · 10 ⁶
Общий периметр пор, мкм	5,41539 · 10 ⁶
Средний диаметр, мкм/дисперсия	0,21048/0,3063
Средняя площадь, мкм ² /дисперсия	0,275331/2026,9
Средний периметр, мкм/дисперсия	1,44116/18,144
Удельная поверхность, мкм ⁻¹	1,74825

Эти результаты хорошо коррелируют с определениями, выполненными с помощью стандартных методов, и соответствуют дисперсным породам, содержащим преимущественно песчаные и пылеватые минеральные частицы и их агрегаты. Поровое пространство исследуемой породы представлено четырьмя категориями пор. Преобладают крупные межмикроагрегатные микропоры удлиненной формы с эквивалентными диаметрами 16–101 мкм, составляющие 51,2% от общей пористости (рис. 2, а, б) (на вертикальной оси гистограмм рис. 2, а, б отложена плотность вероятности – статистический параметр, вычисляемый как отношение количества пор в *i*-м интервале N_i к общему количеству пор N и длине *i*-го интервала L). Фильтрационная проницаемость $K = 3,35 \cdot 10^{-5}$ Дарси (рис. 2, в), что характерно для слабопроницаемых дисперсных пород, к которым относятся лессы. Лессовая порода имеет среднеориентированную микроструктуру, о чем свидетельствует

РЭМ-увеличение	Размер пиксела
50	6,88
100	3,44
200	1,72
400	0,86
800	0,43
1 600	0,21
3 200	0,11
6 400	0,05
12 800	0,03
25 600	0,01

коэффициент ориентации $K_a = 11,9\%$ (рис. 2, *з*). Выявленные особенности микроструктуры лессовой породы, и прежде всего особенности порового пространства, в основном и определяют специфические прочностные и деформационные свойства этой породы.

СТЕРЕОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

В соответствии с основным принципом стереологии (принцип Кавальери–Акера–Глаголева) для однородных структур пористость, измеренная по плоскому случайному сечению, должна соответствовать объемной пористости [6]. Однако при планиметрических измерениях пористости в реальных горных породах часто наблюдается существенное нарушение этого правила. Кроме того, такие микроструктурные характеристик, как высота микрорельефа, форма и характер поверхности структурных элементов, их сообщаемость, практически нельзя оценить по плоским сечениям с помощью планиметрических методов. Поэтому разработка метода трехмерной реконструкции микроструктуры по РЭМ-изображениям явилась бы хорошей возможностью решить многие из этих вопросов. Большую помощь здесь оказывают стереометрические методы, в основе которых лежит наблюдение стереоэффекта по стереоизображениям.

Большая глубина фокуса и высокая разрешающая способность РЭМ позволяют эффективно использовать стереоскопическую съемку для получения объемного изображения микрорельефа исследуемой поверхности. При этом используются полутонные изображения, получаемые в режиме вторичной электронной эмиссии.

Методика получения стереопар в РЭМ заключается в повторной съемке одного и того же участка поверхности образца, наклоненного под разными ($5\text{--}10^\circ$) углами по отношению к электронному зонду. Угол наклона чаще всего изменяют механически с помощью гониометрического столика РЭМ, однако если микроскоп снабжен специальным устройством, то стереоизображения могут быть получены и за счет наклона электронного зонда при фиксированном положении образца [1]. Полученные таким образом РЭМ-стереоизображения имеют отличия, вызванные как различной освещенностью участков образца, так и некоторыми их смещениями за счет наклона образца при съемке. Если смещения происходят в горизонтальном направлении, то есть аналогично изображениям, передаваемым глазами в мозг человека, то исследователь может наблюдать устойчивый стереоэффект с помощью специального оптического устройства — стереоскопа, в котором каждому глазу оператора доступно изображение только одного снимка. Если смещения осуществляются по вертикали, то для создания эффекта параллакса оба изображения должны быть повернуты на 90° .

Количественная информация о высотах микрорельефа может быть получена с помощью фотограмметрической обработки стереоизображений. Существуют следующие зависимости между пространственными (X, Y, Z) и плоскими (x', x'', y') координатами объекта:

$$X = \frac{x' + x''}{2M \cos \alpha}, \quad Y = \frac{y'}{2M}, \quad Z = \frac{x' - x''}{2M \sin \alpha},$$

где x', x'', y' — плоские координаты идентичных точек на левом и правом РЭМ-стереоизображениях, M — увеличение РЭМ-изображения, α — угол наклона образца при стереосъемке.

Традиционная обработка РЭМ-стереоизображений включала в себя использование стереокомпаратора — прибора, давно применяемого в фотограмметрии и предназначенного для ручного определения величины параллакса между двумя идентичными точками на стереоизображениях. К сожалению, обработка даже одной РЭМ-стереопары с высоким разрешением, когда необходимо произвести несколько тысяч прецизионных измерений, требует при таком подходе до нескольких дней работы, что значительно сужает возможности стереометода, а также ограничивает его применение на практике.

Указанная проблема была решена после создания нового метода компьютерного анализа РЭМ-стереоизображений, который реализуется посредством программно-аппаратного комплекса, состоящего из РЭМ “НИТАСНИ S-800”, сочлененного через интерфейсный блок с персональным компьютером типа IBM PC/AT [5]. Оцифровка полутонных РЭМ-изображений осуществлялась по 256 уровням серого тона с требуемым разрешением от 128×128 до 1024×1024 пикселей (элементов, из которых строится изображение в компьютере).

Трехмерная реконструкция микрорельефа поверхности образца проводится с помощью специально разработанного пакета прикладных программ “СТЕРЕКОН” (стереореконструкция) [5]. Алгоритм объемной реконструкции построен по трехшаговой схеме: 1) этап предварительной обработки; 2) этап поиска и отождествления идентичных точек на обоих стереоизображениях; 3) вычисление объем-

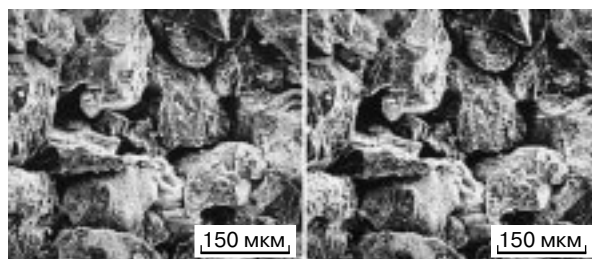


Рис. 3. РЭМ-стереоизображения поверхности образца песчаника

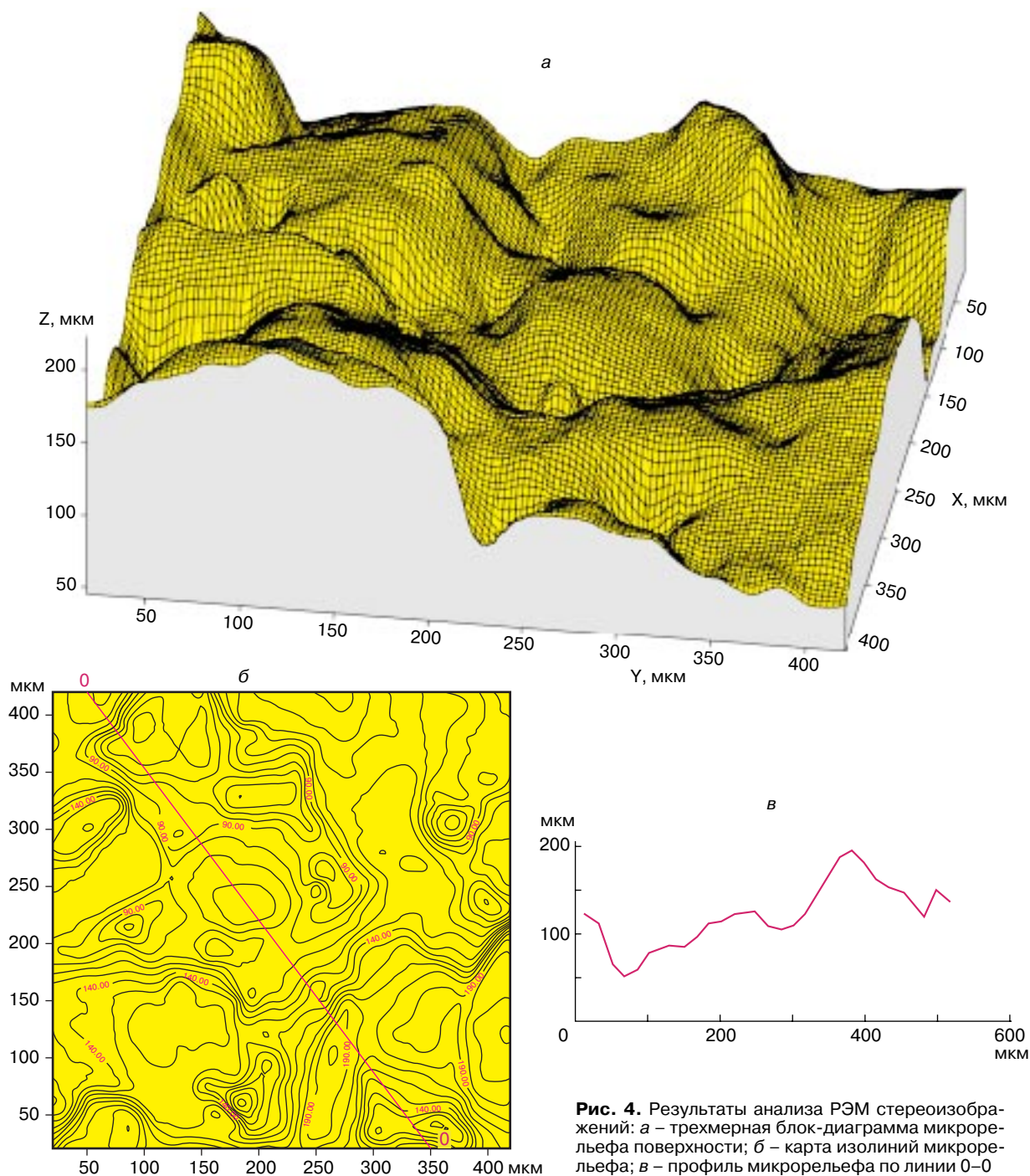


Рис. 4. Результаты анализа РЭМ стереоизображений: а – трехмерная блок-диаграмма микрорельефа поверхности; б – карта изолиний микрорельефа; в – профиль микрорельефа по линии 0–0

ных координат точек исследуемой поверхности по полученным величинам параллаксов между идентифицированными парными элементами стереоизображений.

На рис. 3 показаны РЭМ-стереоизображения поверхности образца песчаника. Применение программы “СТЕРЕКОН” для анализа РЭМ-стерео-

изображений позволило получить принципиально новую информацию об объемных показателях микроструктуры этой горной породы. Таким образом, с помощью описанной программы была получена блок-диаграмма (рис. 4, а) трехмерного микрорельефа поверхности образца, которая позволяет более точно судить о характере микроструктуры породы в

целом. В результате анализа также можно построить карту изолиний микрорельефа поверхности (рис. 4, б) и получить профили микрорельефа вдоль любого заданного направления (рис. 4, в). Таким образом получают данные о глубине пор и высоте выступающих минеральных частиц, то есть количественно оцениваются размер и форма структурных элементов, может быть рассчитана величина объемной пористости.

Стереометрический метод открывает большие перспективы для проведения трехмерной реконструкции и получения объемных показателей микроструктуры горных пород: пористости, размера и формы структурных элементов и их ориентации в пространстве.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Развитие современных методов изучения микроструктуры открывает новые перспективы в познании природы формирования свойств горных пород. С помощью анализа РЭМ-изображений стало возможным по образцам малого размера быстро и надежно определять количественные показатели микроструктуры и устанавливать тип микроструктуры породы. Все это позволяет исследователям решить главную задачу — создать адекватную математическую модель, позволяющую на основании данных анализа РЭМ-изображений поверхности образца породы оценить инженерно-геологические свойства горных пород и дать прогноз их изменения под влиянием различных природных и техногенных воздействий.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П. и др.* Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. М.: Мир, 1984. Кн. 1. 303 с.
2. *Осипов В.И., Соколов В.Н., Румянцева Н.А.* Микроструктура глинистых пород. М.: Недра, 1989. 211 с.
3. *Соколов В.Н.* Микромир глинистых пород // Соросовский Образовательный Журнал. 1996. № 3. С. 56–64.
4. *Соколов В.Н., Кузьмин В.А.* Применение компьютерного анализа РЭМ-изображений для оценки емкостных и фильтрационных свойств пород — коллекторов нефти и газа // Изв. АН Сер. физ. 1993. Т. 57, № 8. С. 94–98.
5. *Соколов В.Н., Лебедев А.А., Юрковец Д.И. и др.* Метод трехмерной реконструкции микрорельефа поверхности твердых тел по их РЭМ-стереоизображениям // Там же. 1995. Т. 59, № 2. С. 28–34.
6. *Чернявский К.С.* Стереология в металловедении. М.: Металлургия, 1977. 280 с.

* * *

Вячеслав Николаевич Соколов, доктор геолого-минералогических наук, ведущий научный сотрудник кафедры инженерной геологии и охраны геологической среды геологического факультета Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова. Основные направления научных исследований: физико-химическая механика дисперсных грунтов, изучение микроструктуры горных пород. Автор 197 научных работ, девяти авторских свидетельств и пяти зарубежных патентов.