

УДК 622.276

## ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРЫ ОБРАЗЦОВ КЕРНОВОГО МАТЕРИАЛА ГОРНЫХ ПОРОД МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

**Ямалетдинова К.Ш., Гоц С.С., Янгуразова З.А., Гимаев А.Р.,  
Хакимов Р.М., Ямалетдинова А.А., Хафизов А.Р., Нурутдинов А.А.,  
Бондарук А.М., Ахмадуллина А.Г., Шайхутдинова М.Ш.**

*ФГБОУ ВО «Башкирский государственный университет», Уфа, e-mail: clara-yk@yandex.ru*

Впервые использована методика цифровой микроскопии для обработки результатов экспериментальных исследований процесса массопереноса в керновом материале, что позволило авторам выявить скрытые (замаскированные) периодичности яркостного профиля, улучшить идентификацию профилей смежных строк, повысить точность анализа механизма неоднородностей среза кернового материала, анализировать регулярность повторения профиля, представить яркостный профиль строки в псевдофазовой плоскости для более детального анализа визуальных экспериментальных изображений. Авторами статьи разработана и реализована методика исследования пористости горных пород методом сканирующей зондовой микроскопии на основе зондовой лаборатории NTEGRA. Оценка пористости основана на визуальном и количественном анализе полученной методом сканирующей зондовой микроскопии поверхностной структуры образцов горных пород с разрешением не ниже 0,1 мкм. Размеры участков поверхности сканирования образцов составляли 30x30 мкм.

**Ключевые слова:** зондовая микроскопия, сканирование, кантилевер, горная порода, яркостный профиль

## RESEARCH OF NANOSTRUCTURE OF ROCK'S CORES USING SCANNING PROBE MICROSCOPY

**Yamaletdinova K.Sh., Gots S.S., Yangurazova Z.A., Gimaev A.R.,  
Khakimov R.M., Yamaletdinova A.A., Khafizov A.R., Nurutdinov A.A.,  
Bondaruk A.M., Akhmadullina A.G., Shaykhutdinova M.Sh.**

*Bashkir State University, Ufa, e-mail: clara-yk@yandex.ru*

Method of digital microscopy is used for the first time for results processing of experimental investigations of process of mass transfer into core material. It lets discover of latent (masked) periodicity of brightness type, improve identification of types of adjoining lines, raise of accuracy of mechanism's heterogeneity of core rocks microscopic section analysis, analyse of regularity reiteration of profile, offer brightness type of line in pseudo-phase plane for more detailed analysis of visual experimental images. Method of research porosity of rocks by method of scanning probe microscopy in terms of probe laboratory NTEGRA is developed and realized by authors of article. Valuation of porosity based on visual and quantitative analysis of surface structure of rocks models with accuracy not lower 0,1 micron. Size of areas of scanning surface of models are 30x30 micron.

**Keywords:** probe microscopy, scanning, cantilever, rock, brightness type

В атомно-силовом микроскопе возможно использование трех режимов сканирования: бесконтактный (Noncontact), полуконтактный (Semicontact) и контактный (Contact). Все эти три метода можно использовать и в атомно-силовом микроскопе, входящем в состав нанолаборатории NTEGRA.

В бесконтактном режиме АСМ (режим притяжения) зазор между острием зонда и образцом составляет, как правило, 5–10 нм. В этом режиме сила Ван-дер-Ваальса взаимодействия образца с зондом [2] в основном носит характер силы притяжения и составляет величину около  $10^{-12}$  Н (рис. 1). Хотя такие маленькие по величине силы создают определенные проблемы регистрации их изменения, тем не менее столь малое воздействие на образец со стороны прибора благоприятно при из-

учении относительно мягких или упругих образцов. Кроме этого, бесконтактный режим АСМ благоприятен с точки зрения обеспечения ничтожно-малого износа поверхности образца. В бесконтактном режиме обычно используют кантилеверы с большой константой жесткости, что обеспечивает относительно маленькую вероятность эффекта «залипания» при случайном сближении зонда с поверхностью образца.

В контактом режиме АСМ (режим отталкивания) взаимодействие между зондом и образцом носит характер сил отталкивания [2]. Атомные силы отталкивания уравниваются упругими силами изгиба балки кантилевера и капиллярными силами «прилипания» иглы к поверхности образца за счет тонкого слоя влаги на его поверхности. Величина капиллярной

силы слабо изменяется по мере сближения образца с иглой зонда. Упругая сила изгиба кантилевера зависит от величины деформации балки и от константы жесткости кантилевера. Диапазон изменения сил взаимодействия в контактном режиме составляет от  $10^{-8}$  Н до  $10^{-6}$  Н. Для обеспечения приемлемой величины износа поверхности образца и острия зонда в контактном режиме используют кантилеверы с небольшой величиной константы жесткости.

В полуконтактном режиме АСМ (режим обстукивания) измерительный зонд колеблется с частотой, близкой к резонансной. Амплитуда колебаний составляет величину около 100 нм. При каждом своем колебании острие в нижней части своей траектории своего движения ударяется в поверхность образца, за счет чего изменяются параметры колебательного процесса. Преимуществом полуконтактного метода является существенное снижение износа образца за счет уменьшения боковых сил трения острия о поверхность образца. Существенным недостатком полуконтактного метода является сложность интерпретации изображений, поскольку последние отражают в себе как топографию образца, так и упругие свойства тонкого поверхностного слоя образца [5]. При изучении образцов ядер горных пород предпочтение было отдано полуконтактному методу сканирования. Такой выбор обусловлен тем, что в процессе сканирования образец кер-

на практически не деформируется. В связи с этим проблемы интерпретации результатов измерений не возникает.

В настоящее время в распоряжении исследователя имеется несколько сотен различных конструкций кантилеверов. В связи с этим в процессе проведения измерений возникает задача выбора оптимального типа кантилевера. Неудачный выбор кантилевера может привести к преждевременному износу образца или кантилевера, а также существенно ухудшить качество получаемых экспериментальных результатов. Наиболее важной характеристикой кантилеверов является их жесткость. Выбор жесткости кантилевера определяется режимом сканирования, механическими свойствами образца, выбранными физическими характеристиками, регистрируемыми в процессе сканирования образца. Следует отметить, что в процессе сканирования возможна регистрация изменения следующих характеристик образца: топографии поверхности (относительных значений высот на локальных участках); латеральных сил или сил трения зонда об образец; сил адгезии или сил Ван-дер-Ваальса; электростатических сил взаимодействия; магнитных сил взаимодействия; изменения электрической емкости между проводящей поверхностью образца и проводящим покрытием кантилевера; изменения разности потенциалов между образцом и зондом; яркости участка образца в ближнеполевой оптической микроскопии.



Рис. 1. Схематическое изображение характера изменения Ван-дер-Ваальсовских сил взаимодействия двух тел в зависимости от расстояния

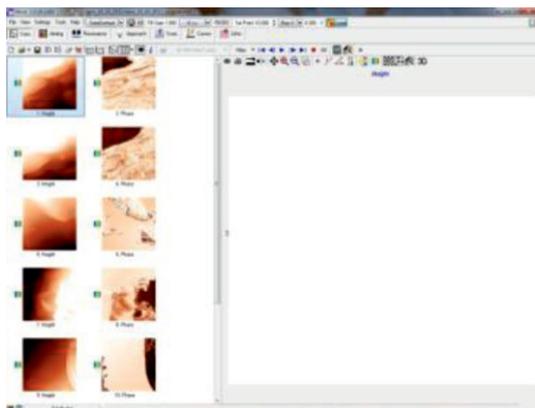


Рис. 2. Изображение рабочей панели компьютерной программы Nova в режиме отображения файлов изображений различных участков керна горной породы без вычитания поверхности наклона исследуемого участка образца

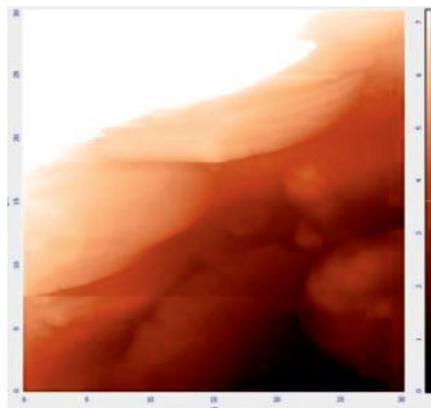


Рис. 3. Полученное с помощью программы Nova двумерное отображение топографии поверхности участка размерами 30x30 мкм керна горной породы (без вычитания поверхности наклона участка образца)

Выбор кантилеверов по значению константы жесткости  
в режиме анализа топографии поверхности образца

Режим сканирования Scan mode	Константа жесткости, Н/м ForceConstant	Резонансная частота, кГц Resonant frequency
Контактный	0,1÷2	10÷20
Полуконтактный	5÷50	100÷400
Бесконтактный	5÷50	100÷400

Выбор кантилеверов по значению константы жесткости в режиме анализа топографии поверхности образца представлен в таблице. Помимо жесткости кантилеверы отличаются друг от друга наличием или отсутствием специальных проводящих и отражательных покрытий. Руководствуясь рекомендациями [4], для исследования образцов кернов горных пород были выбраны кантилеверы марки NSG01/15 без специальных покрытий с константой жесткости, изменявшейся в пределах 2÷10 Н/м. Резонансная частота различных экземпляров кантилеверов этой серии менялась в пределах 115 ÷ 190 кГц.

**Программное обеспечение  
экспериментальной установки**

При проведении исследований и обработке экспериментальных измерений использовалось программное обеспечение Nova, разработанное фирмой NTMDT. При проведении измерений данное программное обеспечение работало в среде операционной системы WindowsXP, и при обработке результатов измерений программное

обеспечение работало в среде операционной системы Windows 7. Экспериментальные данные по исследованию образцов кернов горных пород были записаны в формате стандарта фирмы NTMDT. Для их дальнейшей обработки использовалась программа Nova. Поле рабочей панели программы Nova (рис. 2–3) состоит из трех частей.

В верхней части рабочей панели находится панель инструментов программы. С помощью этой панели путем нажатия маркером мышки на соответствующий значок активизируется та или иная функция программы. Большая часть функций программы реализуется только на компьютерах, соединенных с оборудованием нанолaborатории. Другая часть функций, активизируемая с помощью закладки Data, реализуется при работе с файлами данных, записанных в формате NTMDT. В правой нижней части рабочей панели программы находится поле, в котором отображаются файлы изображений, считанных в буфер памяти программы. В левой нижней части рабочей панели программы находится поле, в котором отображается изображение

выбранного в левом поле файла. Горизонтальное положение границы раздела левого и правого полей панели программы может быть смещено по усмотрению пользователя с помощью курсора мыши. На рис. 3 приведено двумерное изображение топографии поверхности зерна. Участки профиля с малыми значениями высот отображаются темным цветом заливки, а участки с большими значениями высот отображаются светлой заливкой. Диапазон перепада высот профилей для данного рисунка составляет 7  $\mu\text{m}$ . Середина рисунка соответствует изображению дна поры зерна.

Из рис. 3 видно, что усредненная плоскость сканирования образца имеет заметный наклон, причем верхний левый угол изображения приподнят, а нижний правый угол опущен. Подобный наклон затрудняет детальный анализ изображения, в частности анализ границ поры. На рис. 4 приведено трехмерное изображение топографии поверхности зерна. Участки профиля с малыми значениями высот углублены и отображаются темным цветом заливки, а участки с большими значениями высот имеют более высокий уровень отображения по оси Z и отображаются светлой заливкой. Для выбора наиболее удачного ракурса отображения 3D изображения реализована функция его поворота относительно каждой из осей X, Y, Z. Реализован ручной поворот изображения вокруг осей X, Y, Z с помощью манипулятора мышь и автоматический поворот вокруг оси Z, активируемый путем нажатия на иконку поворота изображения.

На рис. 5 приведено общее отображение панели программы Nova, в буфер памяти

которой загружены файлы изображений профилей и фазовых контрастов с вычитанием двумерной поверхности первого порядка или плоскости наклона изображения (planesubtracted).

Применение подобной операции позволило значительно улучшить визуализацию изменения рельефа изображений профилей высот как в двумерном изображении (рис. 6), так и в трехмерном виде (рис. 7). К недостаткам подобного метода обработки изображения следует отнести потерю или искажение информации о реальных значениях профилей высот тех или иных участков изображения.

Для изученных образцов кернов горных пород топографические изображения пор, полученные методами атомно-силовой микроскопии, хорошо согласуются с соответствующими оптическими изображениями, выполненными с разрешением около 1  $\mu\text{m}$  [1, 3]. Указанное совпадение топографических изображений поверхности кернов, полученных разными методами, свидетельствует о том, что для интерпретации АСМ изображений не требуется каких-либо дополнительных методов коррекции цифровых изображений. На рис. 8 приведено двумерное изображение фазового контраста поверхности зерна, а на рис. 9 – трехмерное изображение фазового контраста. Участки поверхности с отрицательными значениями фазы колебаний кантилевера отображаются темным цветом заливки, а участки с положительными значениями фазы отображаются светлой заливкой. Диапазон изменения фазы колебаний для данного рисунка составляет от  $-90^\circ$  до  $45^\circ$ .

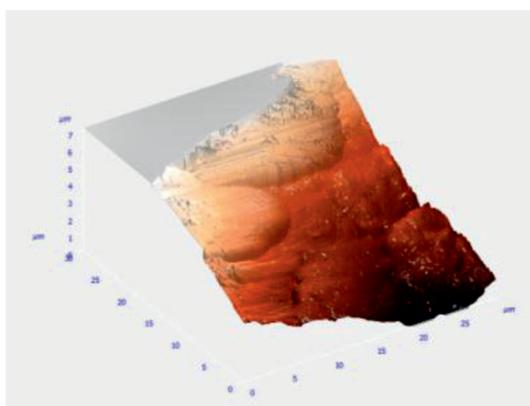


Рис. 4. Полученное с помощью программы Nova трехмерное отображение топографии поверхности участка размерами 30x30  $\mu\text{m}$  зерна горной породы (без вычитания поверхности наклона участка образца)

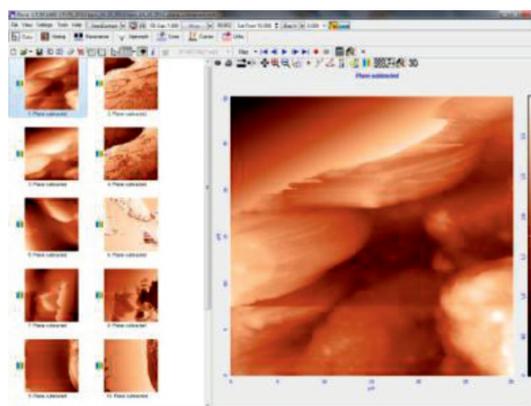


Рис. 5. Изображение рабочей панели компьютерной программы Nova в режиме отображения файлов изображений различных участков зерна горной породы с вычитанием поверхности наклона участка сканирования

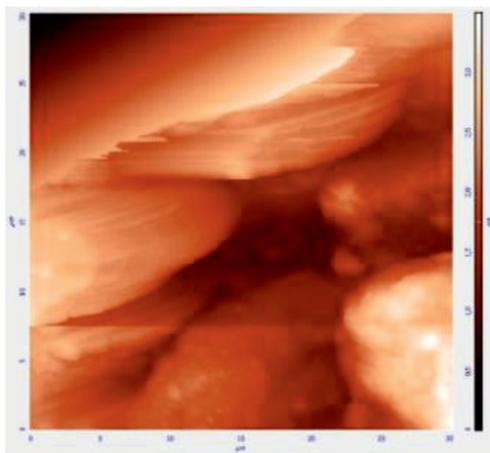


Рис. 6. Полученное с помощью программы Nova двумерное отображение топографии поверхности участка размерами 30x30 мкм ядра горной породы. С вычитанием наклонной поверхности первого порядка

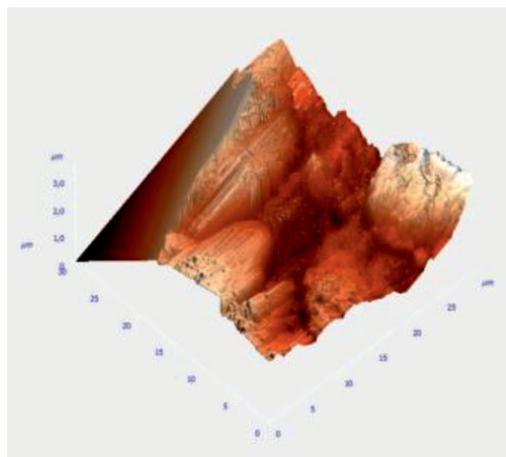


Рис. 7. Полученное с помощью программы Nova трехмерное отображение топографии поверхности участка размерами 30x30 мкм ядра горной породы. С вычитанием наклонной поверхности первого порядка

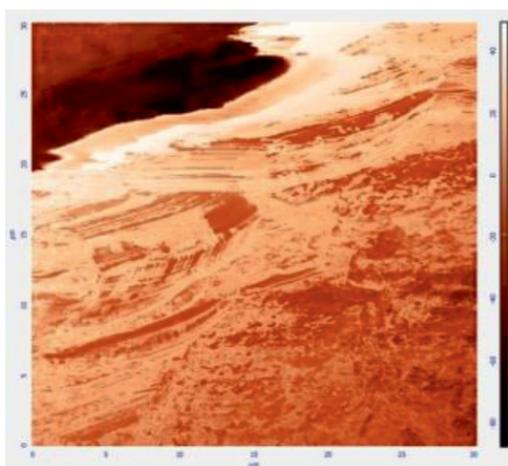


Рис. 8. Полученное с помощью программы Nova двумерное отображение фазового контраста поверхности участка размерами 30x30 мкм ядра горной породы (с вычитанием наклона поверхности)

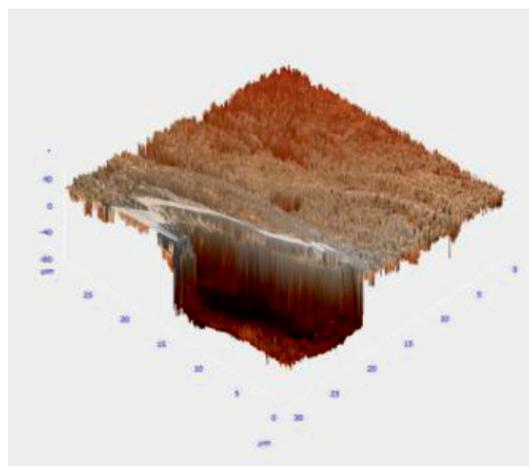


Рис. 9. Полученное с помощью программы Nova трехмерное отображение фазового контраста поверхности участка размерами 30x30 мкм ядра горной породы (с вычитанием наклона поверхности)

Следует отметить, что границы поры ядра, хорошо заметные на топографических изображениях, никаким образом не проявляют себя на рисунке фазового контраста (рис. 8–9). В свою очередь, на изображении фазового контраста хорошо заметны мелкие детали изменения структуры образца. Однако интерпретация изображения структуры образца возможна лишь при совместном анализе топографии профиля и фазового контраста сканирования в полуконтактном режиме.

## Выводы

1. На основе зондовой лаборатории NTEGRA разработана методика исследования пористости горных пород методом сканирующей зондовой микроскопии.
2. Методом силовой зондовой микроскопии в полуконтактном режиме проведены экспериментальные исследования пористости образцов ядер горных пород.
2. Получены топографические изображения пор в образцах ядер горных пород

с разрешением порядка 0,1 мкм. Размеры участков поверхности сканирования образцов составляли 30х30 мкм.

4. Для изученных образцов кернов горных пород топографические изображения пор хорошо согласуются с соответствующими оптическими изображениями, выполненными с разрешением около 1 мкм.

#### Заключение

Таким образом, с использованием силовой зондовой микроскопии получены топографические изображения пор в образцах кернов горных пород, что хорошо согласуется с соответствующими оптическими изображениями, выполненными с разрешением около 1 мкм, что подтверждает достоверность представленной методики исследования пористости горных пород методом сканирующей зондовой микроскопии.

#### Список литературы

1. Гимаев Р.Н., Халиков Г.А., Ямалетдинова К.Ш. Диффузия углеводородов в пористой среде/ Доклады Академии наук РФ. – 1998. – Т. 363, № 1. – С. 66–67.

2. Миронов В.Л. Основы СЗМ – Нижний Новгород: Техносфера, 2004. – 144 с.

3. Халиков Г.А., Дегтярев Н.М., Ямалетдинова К.Ш., Надилов Н.К. Динамика образования переходной зоны в насыщенной пористой среде / Доклады Академии наук СССР – 1990. – Т. 311, № 2. – С. 407–409.

4. Ямалетдинова К.Ш. Методы оптической микроскопии в исследовании процессов массопереноса в теории подземной гидрогазодинамики: Монография. – Уфа: РИО БашГУ, 2006. – 212 с.

5. NT MDT. Accessories cataloge. Moscow, Zelenograd, Russia, 2005. URL: www.ntmdt.com.

#### References

1. Gimaev R.N., Halikov G.A., Jamaletdinova K.Sh. Diffuzija uglevodorodov v poristoj srede/ Doklady Akademii nauk RF. 1998. T. 363, no. 1. pp. 66–67.

2. Mironov V.L. Osnovy SZM Nizhnij Novgorod: Tehnosfera, 2004. 144 p.

3. Halikov G.A., Degtjarev N.M., Jamaletdinova K.Sh., Nadirov N.K. Dinamika obrazovaniya perehodnoj zony v nasyshhennoj poristoj srede / Doklady Akademii nauk SSSR 1990. T. 311, no. 2. pp. 407–409.

4. Jamaletdinova K.Sh. Metody opticheskoy mikroskopii v issledovanii processov massoperenosa v teorii podzemnoj gidro-gazodinamiki: Monografija. Ufa: RIO BashGU, 2006. 212 p.

5. NT MDT. Accessories cataloge. Moscow, Zelenograd, Russia, 2005. URL: www.ntmdt.com.