

УДК 552.086:552.513
DOI: 10.36979/1694-500X-2022-22-12-182-189

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ПЕСЧАНИКА

С.В. Паров

Аннотация. Представлены результаты микроскопического исследования поверхности разрушения образца песчаника, полученного после одноосного сжатия. Посредством сканирующего электронного микроскопа (TESCAN Vega 3) и энерго-дисперсионного анализатора (Oxford X-АСТ) был проведён качественный и количественный химический анализ поверхности, выявлены ее дефекты в виде магистральных трещин, плоскостных сколов и квазисколов зёрен, транскристаллитного и интеркристаллитного разрушения. Данная методика позволяет оценить на мезо- и наноуровне состояние структуры геопороды как до, так и после эксперимента по воздействию на объём полями различного вида, в том числе и электрическим.

Ключевые слова: одноосное сжатие; сканирующий электронный микроскоп; энерго-дисперсионный спектрометр; рентгеноспектральный микроанализ; дефекты структуры; морфологический анализ.

КУМДУКТУН БУЗУЛУУ БЕТИНИН МОРФОЛОГИЯСЫН ЭЛЕКТРОНДУК МИКРОСКОПИЯЛЫК ИЗИЛДӨӨНҮН НАТЫЙЖАЛАРЫ

С.В. Паров

Аннотация. Бул макалада бир октуу кысуудан кийин алынган кум таш үлгүсүнүн сынуу бетинин микроскопиялык изилдөөнүн натыйжалары көрсөтүлгөн. Сканирлөөчү электрондук микроскоптун (TESCAN Vega 3) жана энергия- дисперсиялык анализатордун (Oxford X-АСТ) жардамы менен кум таш бетинин сапаттык жана сандык химиялык анализи жүргүзүлүп, ар кандай беттик дефектилер, анын ичинде магистралдык жаракалар, тегиздик жана квази сыныктыр, транскристаллдык жана интеркристаллдык сынуулар аныкталды. Бул ыкма мезо жана нанодоңгөөлөрдөгү тоотек структурасынын абалын ар кандай типтеги таллалардын, анын ичинде электр талаасынын көлөмгө болгон таасир этүү экспериментине чейин жана андан кийин баалоого мүмкүндүк берет.

Түйүндүү сөздөр: бир октуу кысуу; сканерлөөчү электрондук микроскоп; энергия-дисперсиялык спектрометр; рентгеноспектралдык микроанализ; структуралык дефектилер; морфологиялык анализ.

THE RESULTS OF ELECTRON MICROSCOPIC STUDY OF MORPHOLOGY FRACTURE SURFACE OF SANDSTONE

S.V. Parov

Abstract. The paper presents result of microscopic research of sandstone sample fracture surface, obtained during uniaxial load. Qualitative and quantitative chemical analysis of surface were carried out using the scanning electron microscope (TESCAN Vega 3) and the energy-dispersive analyzer (Oxford X-АСТ) also surface defects were revealed in form of main cracks, planar and quasi-cleavages of grains, transcrystalline and intercrystalline fractures. This technique makes it possible to estimate the state of structure of a rock specimen at meso and nanolevels before and after experiments on impact of various fields on the volume, including electric field.

Keywords: uniaxial compression; scanning electron microscope; energy-dispersive spectrometer; X-ray spectral microanalysis; structural defects; morphological analysis.

Введение. Механические свойства геопород изменяются в широком диапазоне и зависят от их микроструктуры, а внутреннее строение неоднородно и представляет собой гетерогенный, аморфный или поликристаллический объём. Методы изучения горных пород весьма разнообразны и определяются целями и задачами исследования, а микроскопический метод является одним из самых востребованных при исследовании [1] структуры геопороды. Широкое применение получили также сканирующие электронные микроскопы (СЭМ), являющиеся мощным аналитическим оборудованием для исследования поверхностной структуры образцов и проведения рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) [2]. Благодаря большой глубине резкости и возможности локального микроанализа в микрообъеме выбранного участка образца, СЭМ находит применение на всех стадиях контроля технологических процессов [3], а также в геологии для изучения гетерогенных структур породы. Оборудование подходит для изучения морфологии окаменелостей, получения изображений отдельных зерен осадочных образований и их прорастаний, возможна оценка волокнистости и пористости, детальное изучение морфологии кристаллов на микро- и наноуровне. РСМА широко используются как инструмент для петрологического описания и классификации пород, позволяет получать информацию о составе, что способствует идентификации минерала, а режимы автоматического поиска позволяют сократить время и увеличить точность обнаружения химических элементов в несколько раз [4].

Так, например, в работах [5, 6] были исследованы вариации электрического сопротивления с регистрацией деформаций, акустической эмиссии в образце геопород в процессе одноосного сжатия. Было установлено, что акустическая эмиссия и изменения электрического сопротивления являются взаимосвязанными предвестниками разрушения. Однако в этих исследованиях не рассматривались вопросы, касающиеся элементного состава образца, а также оценки изменения структуры поверхности как до, так и после экспериментов. Использование методов электронно-микроскопического исследования на этапе предварительной оценки степени трещиноватости, пористости, химического элементного состава позволяет иметь дополнительную информацию на этапе интерпретации данных, полученных в процессе лабораторных экспериментов при исследовании горных пород, находящихся в нагруженно-деформированном состоянии. Характер и морфология поверхности разрушения может позволить выявить особенности режима нагружения и возможности влагонасыщения образца.

Оборудование. Нагружение образца проходило при аналогичных условиях и параметрах, указанных в работах [7, 8]. Форма представляла собой прямоугольный параллелепипед размерами 26×26×60 мм, который подвергался ступенчатому одноосному сжатию вплоть до разрушения самого образца. Для получения снимков и данных химического анализа поверхности разрушения был использован сканирующий электронный микроскоп TESCAN Vega 3 LMN [9], оборудованный энерго-дисперсионным рентгеновским микроанализатором Oxford X-ACT [10] с программным обеспечением Oxford AZtec Energy [11]. Использован детектор вторичных электронов (SE), обеспечивающий топографический контраст исследуемой поверхности разрушения и детектор отражённых электронов (BSE), формирующий композиционный контраст [12].

Для предотвращения возникновения дефектов поверхности, не связанных с экспериментом на сжатие, поверхность разрушения образца не подвергалась предварительной подготовке (механической шлифовке, ионной полировке), а исследовалась непосредственно (in-situ) после разрушения. На исследуемую поверхность не напылялось электропроводящее покрытие во избежание перекрытия микро- и наноразмерных дефектов. Сканирование осуществлялось при низком ускоряющем напряжении для уменьшения эффекта зарядки диэлектрической структуры геопороды. В процессе исследования образец находился в вакуумной камере микроскопа с давлением $4,5 \cdot 10^{-2}$ Па.

Энерго-дисперсионный химический анализ проводился в режимах сканирования Point-ID и картирования, вне зоны разрушения на одной из исходных полированных сторон образца.

Результаты и обсуждение.

1. Химический состав. На рисунке 1 цифрами и точками обозначены участки набора спектров характеристического рентгеновского излучения. В таблице 1 приведена весовая доля химических

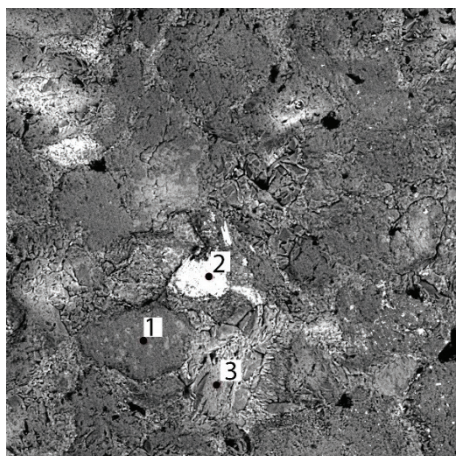


Рисунок 1 – Снимок плоской полированной поверхности песчаника с размерами 1×1 мм. Цифрами показаны зоны спектров характеристического рентгеновского излучения (BSE-режим, химический анализ в режиме POINT-ID)

Таблица 1 – Количественный химический состав различных участков образца. Спектры: 1 – зерно, 2 – включение, 3 – цементное вещество

Химический элемент	Спектр 1 (вес. %)	Спектр 2 (вес. %)	Спектр 3 (вес. %)
O	57.71	32.69	47.20
Na	-	-	1.36
Al	0.85	0.53	9.89
Si	40.80	0.74	29.70
K	0.50	-	11.70
Ca	-	0.16	-
Ti	-	0.98	-
Fe	0.14	64.89	0.15

элементов, обнаруженных в соответствующих участках сканирования поверхности. На первом участке сканировалось зерно, на втором включение, третий участок принадлежит цементному веществу.

На рисунке 2 приведена карта поверхности полированной стороны образца. Карта показывает пространственное распределение химических элементов сканируемой поверхности образца, тёмные зоны указывают на отсутствие химического вещества. В процессе сканирования были выявлены зёрна кварца (рисунок 2, (2)); включения: извести, диоксида железа, двуокиси титана, оксида натрия (рисунок 2 (3, 6, 7, 8)).

Цементное вещество, окружающее включения и зёрна, имеет состав из оксида алюминия и оксида калия (рисунок 2 (4, 5)), 9 – связанный кислород.

2. Микроструктура. Разрушение представляет собой процесс, состоящий из ряда последовательных стадий, которые включают: зарождение трещин субмикроскопических размеров; их развитие и макроскопическое разделение образца на отдельные части [13].

На поверхности разрушения наблюдается магистральная трещина, имеющая зону зарождения (со стороны нагружения образца (рисунок 3 – б, в)) и распространение вдоль образца (рисунок 3, а, пунктирная линия).

3. Морфология отдельных участков. Для детального исследования образца были проведены съёмки на его различных участках. На поверхности, вне зоны магистральной трещины, наблюдаются

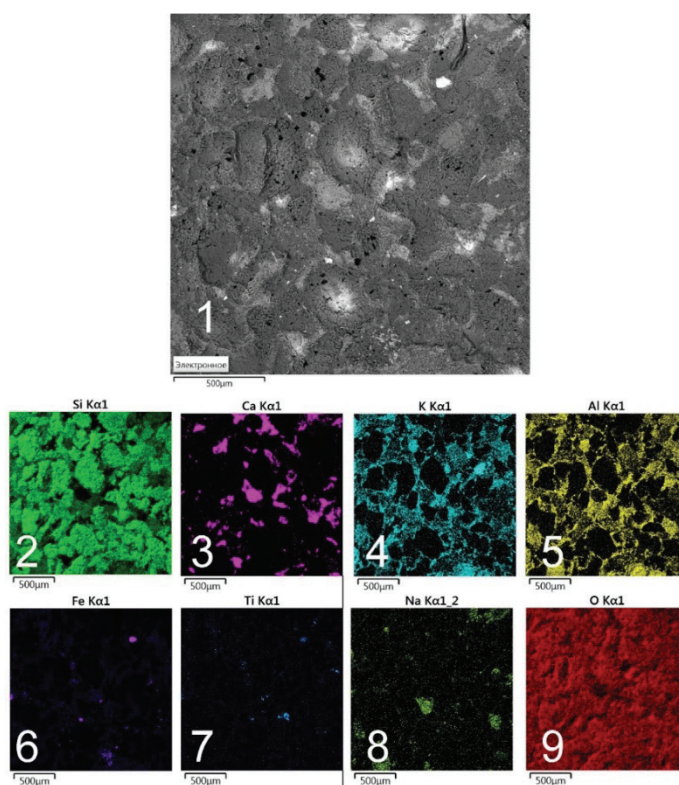


Рисунок 2 – Карта поверхности: 1 – исходное электронное изображение (размеры области сканирования 2×2 мм, BSE – режим), 2 – Si, 3 – Ca, 4 – K, 5 – Al, 6 – Fe, 7 – Ti, 8 – Na, 9 – O (связанный кислород)

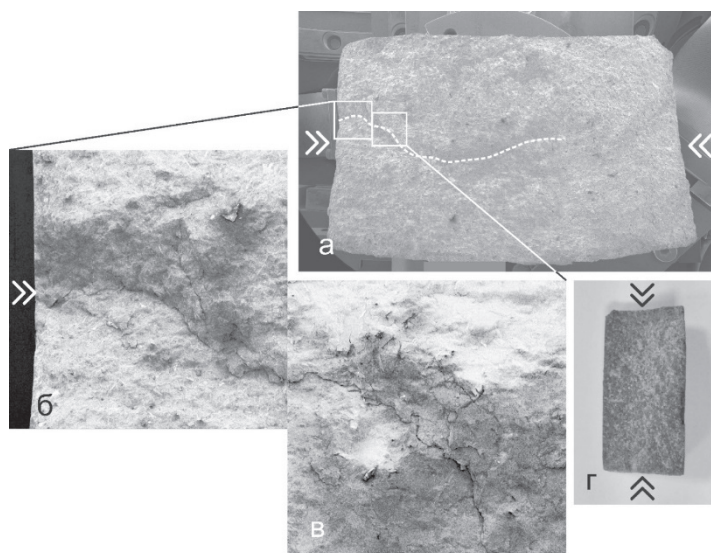


Рисунок 3 – Поверхность разрушения образца песчаника в режимах BSE:
 а – вся поверхность излома, (пунктир – траектория распространения магистральной трещины, увеличение x5); б, в – зона зарождения и распространения трещины (двойные стрелки – вектор направления приложенной нагрузки на торцевую грань образца), увеличение x34; г – фотоснимок поверхности разрушения

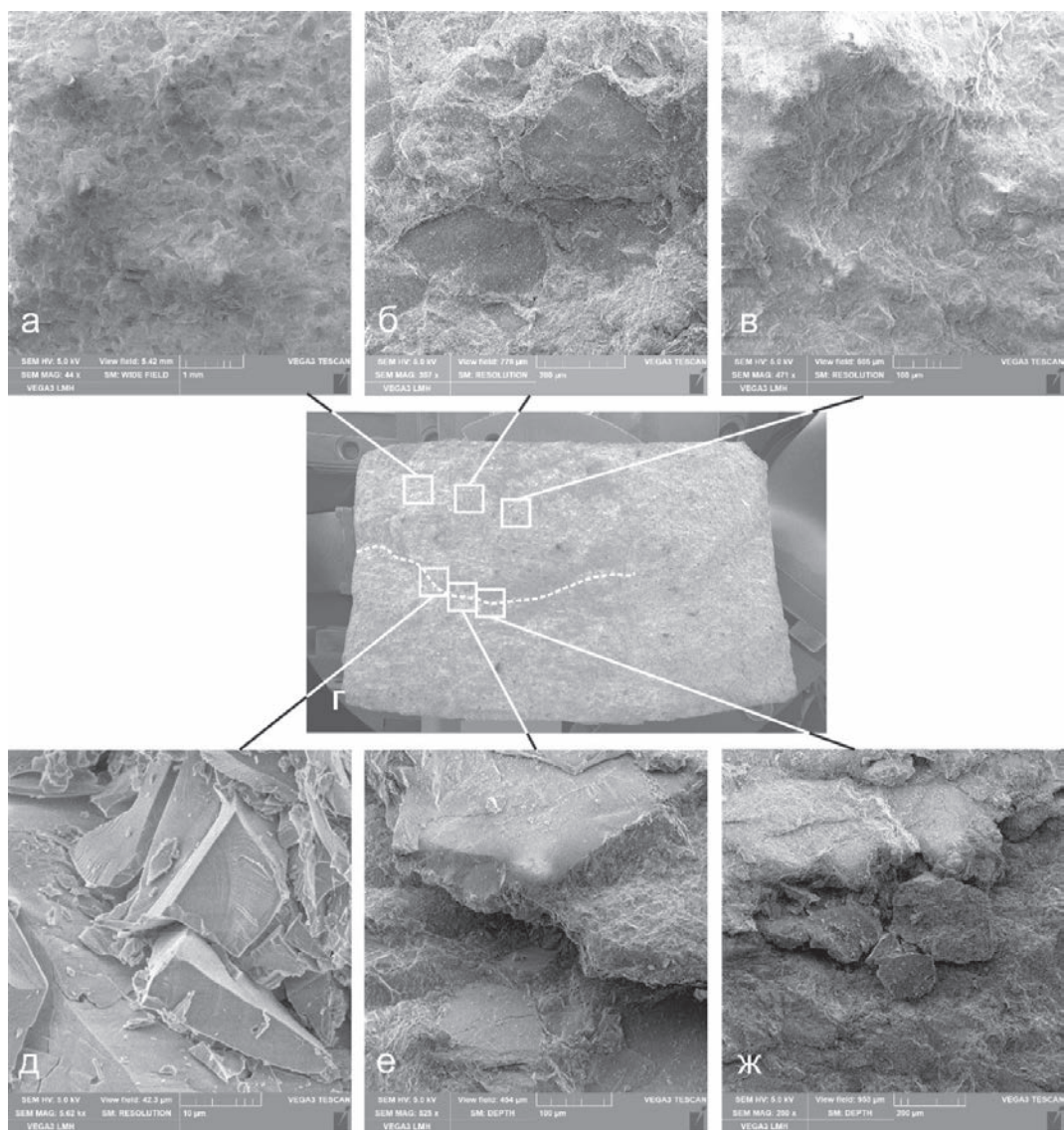


Рисунок 4 – Поверхность излома песчаника (режим SE) (X – увеличение, W – ширина снимка):
 вне зоны распространения магистральной трещины а – общий обзор поверхности (X = x44, W = 5,42 мм);
 б – цементное вещество, окружающее зёрна кварца (тёмные зоны кристаллиты кварца)
 (X = x307, W = 778 мкм); в – цементное вещество (X = x471, W = 505 мкм); г – вся поверхность разрушения
 песчаника в зоне распространения магистральной трещины; д – разрушенное зерно (X = x250, W = 953 мкм);
 е – прохождение магистральной трещины между зёрнами (X = x525, W = 454 мкм);
 ж – прохождение магистральной трещины между цементирующим веществом (X = x525, W = 454 мкм)

сколотые плоскости зёрен кварца и цементное вещество на основе оксида алюминия, оксида калия с включениями других элементов, окружающие данные зёрна (рисунок 4, а, б, тёмные участки). Цементное вещество представлено фасеткой квазискола (рисунок 4, в, ручьи белые полосы), которое не всегда связано ориентационно с плоскостями скола и характеризуется тем, что наряду с признаками хрупкого разрушения, имеет признаки пластической деформации. Такой излом образуется при слиянии отдельных трещин [14]. На поверхности, в зоне прохождения магистральной трещины, наблюдаются расколотые зерна кварца (рисунок 4, д, хрупкие элементы). В образце наблюдается как интеркристаллитное, так и транскристаллитное разрушение (рисунок 4, е, прохождение трещины между кристаллитами; ж – между цементным веществом).

На поверхности зёрен кварца также обнаружены неоднородности в виде пор диаметрами от 157 до 417 нм (рисунок 5, чёрные точки).

Выводы. Результаты микроскопического анализа показали, что данные методы могут быть успешно применены в экспериментах по исследованию триггерных эффектов разрушения [5–8], как на этапе предварительной оценки структуры образца до разрушения (элементный химический анализ, исходная трещиноватость, оценка пористости), так и после разрушения (интерпретация механизмов разрушения, анализ траектории распространения трещин, степень увеличения трещиноватости), в зависимости от типа нагружения и энергетического воздействия на образец. Исследования показали, что поверхность излома песчаника имеет гетерогенную структуру. Зёрна кварца окружены оксидно-алюминиевой и оксидкальциевой матрицей. Включения образованы оксидами железа, титана, кальция, натрия. По данным спектров количественного анализа в трёх зонах поверхности излома были получены следующие приблизительные концентрации элементов. В спектре зоны 1: кислород – 57.71 %, алюминий – 0.85 %, кремний – 40.80 %, калий – 0.5 %, железо – 0.14 %. В спектре зоны 2: кислород – 32.69 масс %, алюминий – 0.53 масс %, кремний – 0,74 масс %, кальций – 0.16 масс %, титан – 0.98 железо – 64.98 масс %. В спектре зоны 3: кислород – 47.20 %, натрий – 1.36 %, алюминий – 9.89 %, кремний – 29.70 %, калий – 11.70 %, железо – 0.15 %).

Комбинированный режим сканирования BSE+SE позволяет детально выделить зону возникновения и распространения магистральной трещины вдоль образца, это может быть использовано в задачах количественной оценки разрушения, таких, как трещиноватость, определение траектории

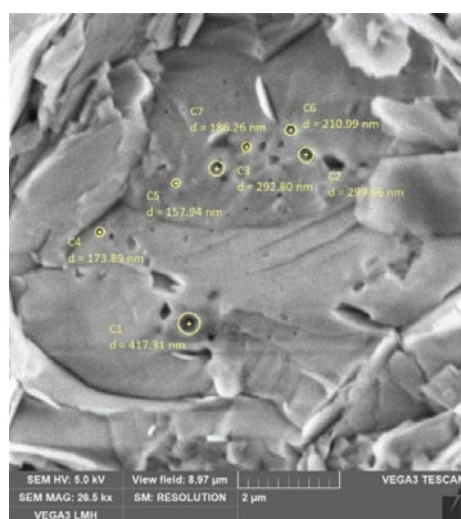


Рисунок 5 – Поры (режим SE): на изображении выделены диаметры пор (увеличение $\times 26500$, ширина снимка 8,97 мкм)

распространения трещины, наличие пор. При детальном рассмотрении участков поверхности были выявлены следующие разновидности хрупкого разрушения: плоскостные сколы кристаллитов кварца, фасетки квазискола цементного вещества, интеркристаллитное и транскристаллитное разрушение зёрен вблизи прохождения магистральной трещины. Анализ показал наличие микротрещин и пор диаметром ~150–400 нм на поверхности кварцевых зёрен. Наличие пор даёт основание полагать, что образец может влагонасыщаться.

Дальнейшие исследования предполагают проведение серий экспериментов по исследованию вариаций электросопротивления различных геопород в напряжено-деформируемом состоянии при электровоздействии с предварительным химическим анализом и оценкой исходной структуры поверхности образца.

Работа выполнена в рамках государственного задания Федерального государственного бюджетного учреждения науки Научной станции РАН в г. Бишкек (тема: «Изучение геофизических полей и процессов как основы прогнозов землетрясений на базе мониторинга и моделирования неупругих процессов в сейсмогенерирующих средах»).

Автор выражает благодарность заведующей лабораторией «Новые технологии и материалы» Кыргызско-Российского Славянского университета Е.А. Макаровой за возможность проведения исследований на электронном микроскопе.

Поступила: 02.05.22; рецензирована: 16.05.22; принята: 19.05.22.

Литература

1. *Стерленко З.В.* Петрография / З.В. Стерленко, Т.В. Логвинова. Ставрополь: Северо-Кавказский федер. ун-т, 2016. 78 с.
2. *Лаврентьев Ю.Г.* Рентгеноспектральный микроанализ порообразующих минералов на микроанализаторе JXA-8100 / Ю.Г. Лаврентьев, В.Н. Королюк, Л.В. Усова, Е.Н. Нигматулина // Геология и геофизика. 2015. Т. 56. № 10. С. 1813–1824.
3. *Пашкеев И.Ю.* Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ / И.Ю. Пашкеев, О.В. Самойлова, В.И. Гераскин, Т.М. Лонзингер. Челябинск: Изд. центр Южно-Уральского госуд. ун-та, 2015. 47 с.
4. *Рид С.Дж.Б.* Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии / С.Дж.Б. Рид. М.: Техносфера, 2008. 229 с.
5. *Сычев В.Н.* Вариации электрических характеристик в процессе разрушения образцов горных пород / В.Н. Сычев, Л.М. Богомолов, С.А. Имашев, В.А. Мубассарова // Фундаментальные и прикладные вопросы горных наук. 2017. Т. 4. № 2. С. 163–168.
6. *Niccolini G.* Correlated fracture precursors in rocks and cement based materials under stress / G. Niccolini, O. Borla, G. Lacidogna, A. Carpinteri // Acoustic, Electromagnetic, Neutron Emissions from Fracture and Earthquakes. Pp. 237–248. DOI: 10.1007/978-3-319-16955-2_16.
7. Рычажная установка для статических и динамических испытаний материалов в условиях одноосного сжатия / А.С. Закупин, Б.В. Боровский. Патент № 2542639 С2. Российская Федерация. МПК G01N 3/16. № 2012148683/28. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Научная станция РАН в г. Бишкеке.
8. *Кульков Д.С.* Анализ сигналов акустической эмиссии в образцах геоматериалов в условиях одноосного сжатия / Д.С. Кульков, С.А. Имашев // Известия Кыргызского госуд. технич. ун-та им. И. Раззакова. 2019. № 2-1(50). С. 274–280.
9. SEM Tescan Vega 3 LMN – технические характеристики сканирующего электронного микроскопа. URL: <https://atomikatechnik.com/uploads/products/vega-3-18.pdf> (дата обращения: 10.05.22).
10. The Oxford Instruments X-ACT – технические характеристики энергодисперсионного химического анализатора. URL: <https://manualzz.com/doc/7500675/x-act-technical-manual> (дата обращения: 10.05.22).
11. The Oxford AzTec Energy – программное обеспечение химического анализатора URL: <https://www.moles.washington.edu/wordpress/wpcontent/uploads/2015/02/Oxford-Quantitative-EDS-Guide.pdf> (дата обращения: 10.05.22).

12. *Величко А.А.* Методы исследования микроэлектронных и наноэлектронных материалов и структур. Часть II / А.А. Величко, Н.И. Филимонова. Новосибирск: Новосиб. госуд. техн. ун-т, 2014. 215–217 с.
13. *Омаров Ш.А.* Напряженно-деформированное состояние при разрушении пластичных материалов / Ш.А. Омаров // Теория сооружений: достижения и проблемы: матер. III Всерос. научн.-практ. конф. Махачкала: Дагестанский госуд. технич. ун-т, 2018. С. 79–85.
14. *Чегуров М.К.* Основы фрактографического анализа изломов образцов из конструкционных сплавов / М.К. Чегуров, С.А. Сорокина. Н. Новгород: НГТУ им. Р.Е. Алексеева, 2018. 79 с.