

扫描电镜下泾阳南塬马兰黄土的孔隙特征

张晓周^{1,2}, 卢婷^{1,2}, 卢玉东^{1,2}, 卢阳春^{1,2}, 李鑫^{1,2}, 潘网生^{1,3}

(1. 长安大学 环境科学与工程学院, 陕西 西安 710054; 2. 旱区地下水文与生态效应教育部重点实验室, 陕西 西安 710054; 3. 黔南民族师范学院 旅游与资源环境学院, 贵州 都匀 558000)

摘要: [目的] 研究扫描电镜下黄土微观结构的特征, 为分析马兰黄土的孔隙特征提供一种新方法。[方法] 利用 IPP 影像分析软件对扫描电子显微镜获得的泾阳南塬马兰黄土不同放大尺度下的微观影像进行分析, 并对马兰黄土中的孔隙进行统计分类。[结果] 在不同放大尺度下, 微孔隙的孔隙率维持在 2%, 小孔隙的孔隙率与放大倍数呈线性负相关, 相关系数为 -0.98, 其余孔隙无特定变化规律; 在相同放大尺度下, 微、小孔隙在马兰黄土中分布均匀, 中、大孔隙较为分散。[结论] 扫描电子显微镜影像可以方便、迅速地为我们提供黄土孔隙特征分析。

关键词: 孔隙率; 相关性; 扫描电子显微镜; 定方向接线径

文献标识码: A

文章编号: 1000-288X(2018)03-0212-05

中图分类号: TU411.92

文献参数: 张晓周, 卢婷, 卢玉东, 等. 扫描电镜下泾阳南塬马兰黄土的孔隙特征[J]. 水土保持通报, 2018, 38(3): 212-216. DOI:10.13961/j.cnki.stbctb.2018.03.054. Zhang Xiaozhou, Lu Ting, Lu Yudong, et al. Characteristics of Malan loess porosity in South Jingyang plateau under scanning electron microscope [J]. Bulletin of Soil and Water Conservation, 2018, 38(3): 212-216.

Characteristics of Malan Loess Porosity in South Jingyang Plateau Under Scanning Electron Microscope

ZHANG Xiaozhou^{1,2}, LU Ting^{1,2}, LU Yudong^{1,2}, LU Yangchun^{1,2}, LI Xin^{1,2}, PAN Wangsheng^{1,3}

(1. College of Environmental Science and Engineering, Chang'an University,

Xi'an, Shaanxi 710054, China; 2. Key Laboratory of Subsurface Hydrology and Ecology in

Arid Areas, Ministry of Education, Xi'an, Shaanxi 710054, China; 3. School of Tourism and

Resources Environment, Qiannan Normal University for Nationalities, Duyun, Guizhou 558000, China)

Abstract: [Objective] To explore the characteristics of microstructure of loess under scanning electron microscopy in order to provide a new method for analyzing the pore characteristics of Malan loess. [Methods] The image-pro plus(IPP) software was used to analyze the microscopic images at different scales obtained by scanning electron microscope(SEM), and the pores of Malan loess was calculated in the South Jingyang plateau. [Results] The porosity of micro pore maintained at 2% at different scales in the same region. The porosity of small pore was negatively and linearly correlated with magnification, and the correlation coefficient was -0.98. And no specific change rules were found among other types of pores. For the images at the same scale in different regions, the micro pore and small pore distributed uniformly in Malan loess, but, the medium and macro pore were more dispersed. [Conclusion] The images obtained by SEM can provide us a convenient and quick method for the characteristics analysis of Malan loess.

Keywords: porosity; correlation; SEM; feret diameter

黄土作为一种典型结构性土,其特殊的结构性和水敏性对人类工程活动有着深远的影响^[1]。而作为黄土结构性的一个重要评价因子,黄土的孔隙率受到学者们很大的重视,并且取得了长足的延续和发展。

1963年,朱海之^[2]最早将孔隙的大小按照肉眼可见的程度分为微孔和大孔两种,1978年,王永焱等^[3]将黄土孔隙进一步细分为微孔隙、小孔隙和大孔隙,1985年,雷祥义^[4]利用压汞法将黄土孔隙由小到大

分为微孔隙、小孔隙、中孔隙和大孔隙 4 类,并对前人提出的孔隙范围作了详细的修订和界定。近些年,对于黄土孔隙特征的研究不但没有停止,并且将关注点延伸至冻融循环^[5]、压实^[6]、重塑^[7]等特殊条件上来。

目前,研究黄土孔隙特征的方法分为直接法和间接法 2 类^[8]。直接法有切片法、光学显微镜法、电镜扫描法、CT 扫描法和聚离子束扫描电镜法(FIB-SEM);间接方法以压汞法为主。切片法在研究大孔隙时较为常用,具有制片简单,费用低的优点,但耗时长,精度差是制约其应用的最大缺点^[9-10];光学显微镜分辨率差、聚焦视野窄的特点限制了其在微孔隙方面的统计;CT 扫描能够得出试样的三维立体效果,对于孔隙特征的反映最为直观,但是一次扫描花费时间长,费用昂贵,图像处理繁琐、分辨率低是其缺点^[11-12];FIB-SEM 扫描法是目前最接近黄土真实孔隙率的一种测量方法,其纳米级的分辨率对于孔隙的特征分析也最为全面,但是与 CT 扫描方法一样,价格昂贵成为限制其广泛应用的最大阻碍^[13-14]。

压汞法原理简单、试验速度快的特点使得它成为测量多孔介质大、中孔隙时的标准方法^[15]。许多学者也从原理与实际操作方面给出提高精度的方法^[16-18]。但是,在实际操作过程中,对于那些结构能被压缩,甚至在高压下完全被破坏的物质,可能会在施压压汞的过程中破坏其原生孔隙结构,影响测量结果^[15,19]。自从扫描电子显微镜(SEM)的应用由页岩引入到黄土中来,其凭借制样简单、可增湿减湿、可增压减压、高分辨率等特点,在研究黄土微观结构中得到广泛的应用^[20-23],并且还能在影像中统计压汞法不能统计到的小孔隙的孔隙率。本文基于泾阳南塬马兰黄土在不同扫描尺度下的影像,利用 Image-Pro Plus (IPP)影像分析软件分析马兰黄土的孔隙特征与影像放大倍数之间的关系,探讨扫描电子显微镜分析黄土孔隙特征的规律性和适用性。

1 材料与方法

1.1 研究区概况

作为渭河盆地渭北黄土台塬亚区的重要组成部分,泾阳南塬分布于陕西省泾阳县城南泾河的南岸。泾阳南塬东西长约 27.1 km,塬面开阔,西北高,东南低,太平镇、蒋刘乡、高庄镇 3 个乡镇直接以陡崖、陡坎的形式与泾河河床、河漫滩相接,形成 40~70 m 的高差^[24]。自 1976 年“提渭漫灌”以来,塬边出现许多大纵深向裂缝,不断向河谷垮塌,给当地居民生产、生活带来很大的困扰。

本次试验所取的马兰黄土样位于省道 208 和修

石渡村之间的取土场上方的塬面上,距离地面约 40 cm。取土场由于人为切割取土,出露 L₁—L₆ 的完整新鲜断面。

1.2 研究方法

1.2.1 样品处理 样品在野外经大块切割(40 cm×40 cm×40 cm)后用泡沫小心包裹、固定、运回实验室,为避免因运输途中晃动给原状土样带来破坏,土块应放置在松软、活动空间小的地方。在实验室,土块被进一步切割成 5 cm×5 cm×7 cm 的小块,然后在 104 ℃ 的烘箱中烘干 12 h,为最后制备扫描电子显微镜试样抽真空做准备。

本试验选用捷克 TESCAN 公司生产的高真空钨灯丝扫描电子显微镜 VEGA 3 LMH(SEM)。将烘干好的土样用小刀刻出较浅的刀痕,而后用镊子小心的掰断,以留出凹凸不平的新鲜断面,这样可以更好的观察黄土颗粒的表面形态,也更有立体感。挑选形态突出、大小合适的土样进行抽真空,固定在观测台上进行观测,并记录二次电子成像的影像。

本次试验在 20 kV 的工作电压下得到多个区域 500×,1 k×,2 k×,3 k×,4 k× 等多个尺度的扫描影像。由于所有影像的垂直分辨率、水平分辨率均为 110 dpi,所以在不同尺度下的单位长度的影像所含有(占有)的像素个数是不一样的,影像的放大倍数越大,比例尺越小,单位长度上所含有的像素个数越多。如表 1 所示,当影像放大到 500 倍时,1 μm 长度影像仅仅含有 2 个像素,当放大倍数增大到 4 k 倍时,所含的像素个数有 16 个,影像放大倍数的增长和像素个数的增长是呈正比例关系的,这也从侧面证实了扫描电子显微镜比例尺的可靠性。

表 1 不同放大倍数下单位长度与像素个数关系

影像名	放大倍数	像素/长度(Pixels/μm)
Malan-3	4 k	16
Malan-4	3 k	12
Malan-5	2 k	8
Malan-6	1 k	4
Malan-7	500	2

1.2.2 影像处理 我们采用雷祥义^[4]对黄土孔隙大小的分类标准,即:①微孔隙,直径<0.002 mm;②小孔隙,直径 0.002~0.008 mm;③中孔隙,直径 0.008~0.032 mm;④大孔隙,直径>0.032 mm。

在 IPP 影像分析软件中,孔隙的面积在没有定标的情况下是对像素进行统计的,用像素面积的大小来表示孔隙的大小。这种方法针对较为规则的孔隙统计比较理想,但是当孔隙窄、面积大时会出现将孔

隙类型归为高一级的现象(如:将小孔隙统计为中孔隙)。为了避免这种情况的发生,在对影像分析的时候添加一个新的限定条件,最小定向径。不同尺度不同孔隙类型的最小定向径像素阈值如表 2 所示。

表 2 不同孔隙最小定向径阈值范围

放大倍数	孔隙类型			
	微孔隙	小孔隙	中孔隙	大孔隙
4 k	<32	32~128	128~512	>512
3 k	<24	24~96	96~384	>384
2 k	<16	16~64	64~256	>256
1 k	<8	8~32	32~128	>128
500	<4	4~16	16~64	>64

即使在保持工作电压恒定的条件下,钨灯丝激发的电子形态,观测台所处的真空环境也会有所差别。虽然这样的差别大多数情况下很小,但也会导致在同样的观测位置和放大倍数下观测多次得到的灰度值有所不同。另外,影像的呈像效果也与聚焦时间长短有关,在同一位置停留时间越长,该位置上得到的二次电子反馈信息越多,亮度也会越大。这样,在 IPP 软件统计孔隙之前,对每张影像进行统一校正和对典型孔隙的灰度值进行界定将会显得十分重要。

影像的校正包括快速傅里叶变换,影像的锐化,影像的背景校正 3 个步骤。快速傅里叶变化可以消除影像中的噪音,锐化处理用来提取影像中更多的细节,使得孔隙和颗粒的边缘更加清晰,影像的暗背景校正,能够减小影像自身中间亮、四周暗的特点给统计结果带来的误差。进行灰度值阈值选取时,我们在单张影像的不同区域选取至少 4 个典型肉眼可判断的孔隙作为 AOI,然后读取 AOI 内的全部灰度值,将灰度值最大的数值作为此张影像统计孔隙的上限(如图 1 所示)。

本次试验共选用了 11 张影像(7 张 500 倍的影像,1 k,2 k,3 k,4 k 倍的影像各 1 张),它们的孔隙灰度值区间如表 3 所示。

表 3 各影像孔隙灰度值范围

影像名	放大倍数	灰度值下限	灰度值上限
Malan-3	4 k	0	36
Malan-4	3 k	0	35
Malan-5	2 k	0	51
Malan-6	1 k	0	46
Malan-7	500	0	55
Malan-8	500	0	41
Malan-13	500	0	41
Malan-14	500	0	35
Malan-15	500	0	38
Malan-16	500	0	38

2 结果与分析

经过上述预处理后,将 11 张影像批量在 IPP 软件中进行孔隙面积、最小定向径的统计。最小定向径的统计范围限定为大于 0,从而排除噪音点引起的统计误差。

由于每张影像的分辨率(110×110)和选定的 AOI 范围(763×765)是一致的,所以整个统计区的像素面积均为 583 695。只有 Malan-7 影像的左下角为试样的边缘位置,有一小部分没有试样信息,用灰度值为 0 的信息替代,会被当做孔隙统计在内。所以在统计时这部分该区域必须去除掉。选用 IPP 软件中的不规则 AOI 工具,沿着试样的边缘小心圈定试样范围,得到一个像素面积为 555 432 不规则统计区(如图 2 所示)。

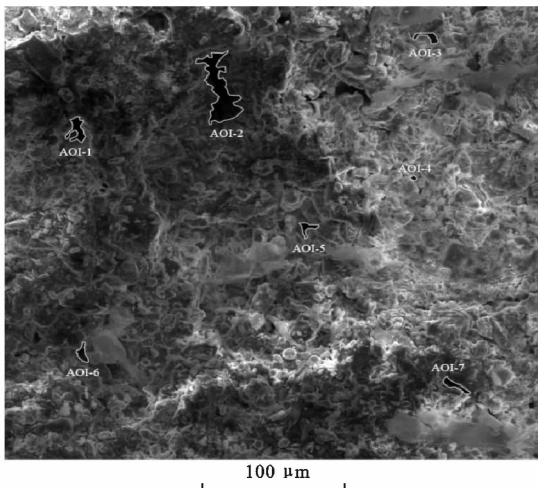


图 1 孔隙 AOI 的选取与分布(500×)

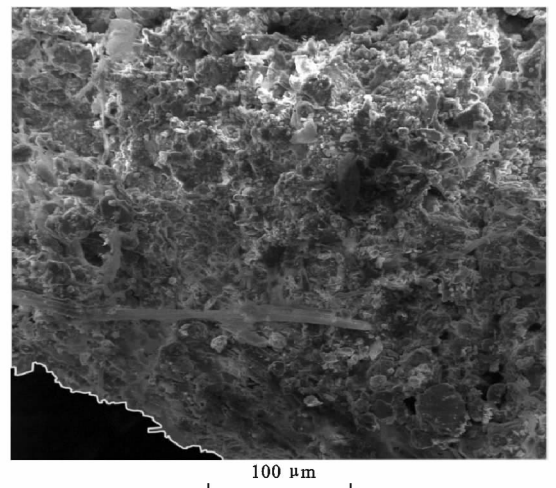


图 2 Malan-7 影像 AOI 的选取(500×)

经 IPP 软件面积、最小定向径统计后各影像的孔隙结果如图 3—4 所示。

由图 3 可以看出在该区域下,不同放大倍数的影像统计得出的微孔隙的孔隙率基本恒定,孔隙率维持在 2% 左右。小孔隙的孔隙率除在放大倍数为 3 k 倍时下降剧烈之外,在其它影像上呈现出稳步下降的规律,下降速率与放大倍数成负相关,线性相关系数为 -0.98 。中孔隙的孔隙率随着放大倍数的减小而先增大后减小,近似呈二次多项式回归趋势,拟合系数为 0.54 ,这是由于拟合点太少造成的。中孔隙的孔隙率在放大倍数为 2 k 倍时达到最大,放大倍数超过 2 k 倍时微、小孔隙占主导地位,低于 2 k 倍时大孔隙占主导地位;大孔隙在放大倍数超过 1 k 倍的影像中没有被统计到,这与扫描电子显微镜的视域有关,放大倍数越大,视域越窄,统计的大孔隙越随机,并且当视域窄到一定程度之后就不会有大孔隙的存在了,在统计到大孔隙的仅有两张影像中孔隙率虽有变化,不能得出变化规律。

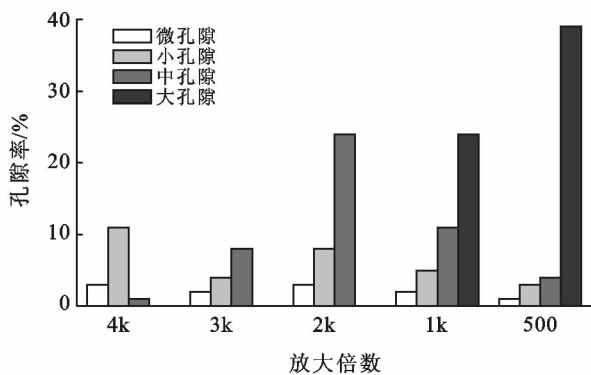


图 3 同区域不同尺度下的孔隙率对比

由图 4 可以看出,在相同的 500 倍放大倍数下,无论在试样的哪一视域,同一影像上的 4 种孔隙类型均表现出了相同的变化规律,即,在所有影像中大孔隙占据着主导地位,孔隙率最高,微孔隙的孔隙率最低,小孔隙和中孔隙居中,且中孔隙的孔隙率略大于小孔隙的孔隙率。

在不同影像之间,孔隙率的变化随着孔径的增大而增大。即,微孔隙的孔隙率基本维持在 2% 上下,基本不变。小孔隙的孔隙率稍有变化,但是变化幅度小于中孔隙的孔隙率,大孔隙的孔隙率随着扫描电子显微镜视域的变化,统计的结果变化最大。在影像 Malan-16 中的统计结果为 6%,在影像 Malan-8 中的统计结果达到了 48%,两者相差 8 倍。这充分说明,随着孔隙直径的增大,孔隙的统计结果越依赖扫描电

子显微镜的视域选择,微、小孔隙由于本身直径小,在任何视域下都能得到充分的统计。综上所述,在 500 倍左右的放大倍数下,黄土的孔隙率统计最为理想。

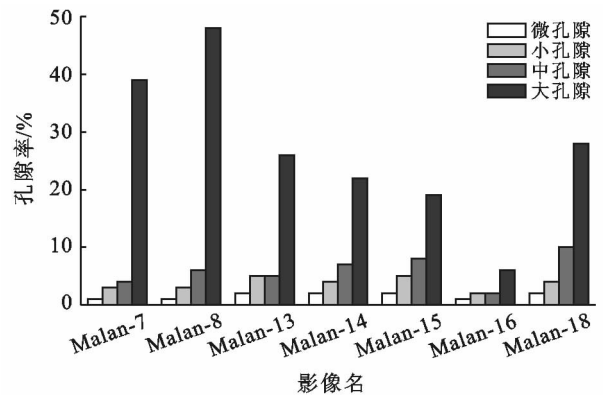


图 4 不同区域同尺度下的孔隙率对比 (500×)

压汞法测孔隙率利用的是压力和孔半径的一种简单对应关系。孔半径的分布可通过追踪不浸润液体进入孔中的量与所提供的不断增加的压力的关系得出^[15]。这种方法注定有自身的缺陷性,在小孔隙和微孔隙的测定上的应用是有限的。因为孔隙越小,需要对汞施加的压力就越大,对试样原生孔隙破坏就会增强,得出的结果精度越差。

压汞法得出的黄土孔隙率其实是大、中孔隙的孔隙率,而非黄土真正的孔隙率。与压汞法不同的是,SEM 影像可以被用来统计黄土样中各种孔隙,得出的结果也最接近真实值。虽然小、微孔隙的统计在实际工程应用中起到的作用不大,但是小、微孔隙的统计结果会修正黄土湿陷性、水敏性、分散性等机理研究的孔隙参数,对于提高机理模型的精确度具有一定的价值。

3 结论

(1) 大孔隙只存在于较大视域的影像中,当电镜放大倍数超过 1 k 倍时很难有大孔隙落入视域内,这是由大孔隙自身直径所决定的。

(2) 大孔隙、中孔隙在马兰黄土中的分布是不均匀的,无论是在同区域不同尺度还是不同区域同尺度下的统计结果都支持这一结论,其孔隙率随着视域的改变而发生明显的改变。

(3) 小孔隙的孔隙率随着放大倍数的降低而线性减小,直到放大倍数为 500 时保持稳定,在 3% 上下波动。

(4) 微孔隙的统计结果不受扫描电子显微镜放大倍数的影响,该类型的孔隙在泾阳南塬马兰黄土中分布均匀,孔隙率为 2% 左右。

(5) 在利用扫描电子显微镜统计泾阳南塬马兰黄土时,放大倍数选择在 500 倍或更低一些较为合适,该视域下既能统计到所有孔隙类型,也不至于放大倍数过小而忽略微、小孔隙的统计,可以真实的反映试样的整体孔隙特征。

用扫描电子显微镜影像来分析黄土的孔隙特征时,扫描环境的控制,影像的聚焦,AOI 的选取虽然都会对最后的统计结果造成影响,但是,对这些因素进行统一控制,规范操作,其分析结果还是能够很好的反映黄土孔隙的基本特征。该方法快速、便捷、可重复性的特点可以在一定程度上提高我们实际工作中的效率。

[参 考 文 献]

- [1] 田堪良. 黄土的结构性及其动力特性研究[D]. 陕西 杨凌:西北农林科技大学,2003.
- [2] 朱海之. 黄河中游马兰黄土颗粒及结构的若干特征:油浸光片法观察的结果[J]. 地质科学,1963(2):88-100.
- [3] 王永焱,吴在宝,岳乐平. 兰州黄土的生成时代及结构特征[J]. 西北大学学报:自然科学版,1978(2):3-29.
- [4] 雷祥义. 陕北陇东黄土孔隙分布特征[J]. 科学通报,1985(3):206-209.
- [5] Starkloff T, Larsbo M, Stolte J, et al. Quantifying the impact of a succession of freezing-thawing cycles on the pore network of a silty clay loam and a loamy sand topsoil using X-ray tomography[J]. *Catena*, 2017,156(S):365-374.
- [6] Ma Fuli, Yang Jing, Bai Xiaohong. Water sensitivity and microstructure of compacted loess[J]. *Transportation Geotechnics*, 2017,11(S):41-56.
- [7] 郭楠,陈正汉,杨校辉,等. 重塑黄土的湿化变形规律及微观结构演化特性[J]. 西南交通大学学报,2017,52(1):1-8.
- [8] 吴尧. 岷江上游森林土壤大孔隙特性与水分入渗性能研究[D]. 南京:南京林业大学,2008.
- [9] Nagaraj R S. Principles of Testing Soils, Rocks and Concrete [M]. Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 1993:279-348.
- [10] Bouma J. Soil morphology and preferential flow along macro pores [J]. *Agricultural Water Management*, 1981,3(4):235-250.
- [11] 白斌,朱如凯,吴松涛,等. 利用多尺度 CT 成像表征致密砂岩微观孔喉结构[J]. 石油勘探与开发,2013,40(3):329-333.
- [12] 王慧妮,倪万魁. 基于计算机 X 射线断层术与扫描电子显微镜图像的黄土微结构定量分析[J]. 岩土力学,2012,33(1):243-247.
- [13] 马勇,钟宁宁,黄小艳,等. 聚集离子束扫描电镜(FIB-SEM)在页岩纳米级孔隙结构研究中的应用[J]. 电子显微学报,2014,33(3):251-256.
- [14] Bultreys T, De Boever W, Cnudde, V. Imaging and image-based fluid transport modeling at the pore scale in geological materials: A practical introduction to the current state-of-the-art [J]. *Earth Science Reviews*, 2016,155(S):93-128.
- [15] 常东武. 压汞法测量孔隙时减小误差的方法及分析[J]. 试验技术与管理,2003(5):76-80.
- [16] Dim P E, Fletcher R S, Rigby S P. Improving the accuracy of catalyst pore size distributions from mercury porosimetry using mercury thermoporometry [J]. *Chemical Engineering Science*, 2016,140(1):291-298.
- [17] Bafarawa B, Nepryahin A, Ji Lu, et al. Combining mercury thermoporometry with integrated gas sorption and mercury porosimetry to improve accuracy of pore-size distributions for disordered solids[J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2014,426(27):72-79.
- [18] 张涛,王小飞,黎爽,等. 压汞法测定页岩孔隙特征的影响因素分析[J]. 岩矿测试,2016,35(2):178-185.
- [19] 孙建中. 黄土学(上篇)[M]. 香港:香港考古学会,2005.
- [20] Vos K, Van Denberghe N, Elsen J. Surface textural analysis of quartz grains by scanning electron microscopy (SEM): From sample preparation to environmental interpretation [J]. *Earth-Science Reviews*, 2014, 128(S):93-104.
- [21] 吴凯,倪万魁,刘海松,等. 压实黄土强度特性与微观结构变化关系研究[J]. 水文地质工程地质,2016(5):62-69.
- [22] 李春海,方祥位,申春妮,等. 浸水湿化引起的 Q_2 黄土微观结构变化[J]. 四川建筑科学研究,2016,42(3):40-45.
- [23] 方祥位,申春妮,汪龙,等. Q_2 黄土浸水前后微观结构变化研究[J]. 岩土力学,2013,34(5):1319-1324.
- [24] 陕西省地质矿产局. 陕西省区域地质志[M]. 北京:地质出版社,1989:546-552.