

基于 AFM 的煤体微结构研究

常迎梅 杨红果 马腾武 范丽娟 张海新

(河南理工大学精密工程研究所 焦作 454003)

摘要 比较了扫描电子显微镜和原子力显微镜的原理及特点, 得出了 AFM 的独特优势。用 AFM 对煤的表面微形貌进行了三维测量, 观测到煤中的颗粒和气孔, 气孔形状以圆形为主, 其次有椭圆形, 且边缘光滑, 轮廓清晰, 据 AFM 分析, 平均气孔孔径为 92.25nm, 最小孔径 10nm, 最大孔径 800nm。结论表明, 用 AFM 可以观测到煤真实、精确的表面微形貌, 为分析瓦斯分子在煤孔隙中的分布提供了一种研究和测量方法。

关键词 原子力显微镜; 煤; 微形貌; 气孔

中图分类号 TQ597

Study of the Coal Micro-Structure Based on AFM

Chang Yingmei, Yang Hongguo, Ma Tengwu, Fan Lijuan, Zhang Haixin

(Precision Engineering Institute, Henan Polytechnic University, Jiaozuo 454003, China)

Abstract This paper compares the principle and characteristic of scanning Electron Microscope (SEM) with Atomic Force Microscope (AFM), and the unique advantages of AFM are gotten. It is used to three-dimensional measurement of the coal's surface micro-structure, and observed results are that the granules and pores of coal are observed. The shape of pores is mainly circle, secondly is ellipse, and their edges is slick, outline is pure. Measuring results are that average aperture is 92.25nm, minimum is 10nm, and maximum is 800nm analyzed by AFM. The obtained results demonstrate the AFM can get the true and precise micro-structure of coal. It supplies a studying and measuring method for analyzing the distribution of fire-damp molecular in pore space of coal.

Key words Atomic Force Microscopy (AFM); coal; micro-structure; pore

1 引言

近年来, 煤矿重大事故频繁发生, 70% 的煤矿爆炸是由瓦斯突出引起的。煤中孔隙是煤层中气体储存的空间, 瓦斯分子和煤分子在孔隙中的吸附关系与瓦斯突出有着直接的联系, 系统研究煤中孔隙的微观结构, 对煤与瓦斯突出的预测和治理具有直接的指导意义^[1]。常用的扫描电子显微镜难以观测瓦斯突出煤体的纳米级孔隙和裂隙。而 AFM 可直接对物体表面进行三维测量, 垂直方向的分辨率达到了亚纳米级, 水平方向的分辨率达到了纳米级, 所以能够在纳米尺度上对煤的表面结构进行三维测量。它具有分辨率高、能提供量化的三维信息和对样品无特殊要求的特点^[2]。

2 煤体微结构的观测方法

煤表面微结构的传统观测方法主要有: 手标本法、光学显微镜法和扫描电子显微镜法 (Scanning Electron Microscope, 简称 SEM)^[1]。其中 SEM 最为常用, 它是利用电子探针在样品表面作光栅状扫描并且激发出的多种电子信号进行观测的, 分辨率可以达到 6nm, 但是实验前通常需要对样品进行导电和干燥处理, 而且要求在真空条件下工作, 存在一定的缺点^[3-5]。

原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, AFM) 的出现为研究物质的微观世界提供了一种新的研究工具。

它是利用原子间的相互作用力进行检测的, 因此不仅可以用于导体、半导体和绝缘体的表面形貌的观察和研究, 而且不受试件表面电子态影响, 测量结果更接近表面实际形貌^[6]。

AFM 与 SEM 相比有其独特的优势:

1) AFM 对样品的要求不苛刻, 且在实验过程中对样品几乎没有损失和损伤; 2) AFM 具有高达原子级的分辨率, 其横向分辨率可达 0.26nm, 纵向分辨率可达 0.1nm。3) AFM 不受工作环境的限制, 可以在真空、空气、水及液体的环境中观察^[2,6]。

可见 AFM 具有很多其它分析手段所不具备的优点, 基于 AFM 这些独特的优势, 将其应用于煤微观形貌的观测中, 通过对表面形貌分析、归纳、总结获得的信息, 对研究瓦斯分子和煤分子的吸附关系有一定的指导意义。

3 实验

本实验所用仪器为本原纳米仪器有限公司型号为 CSPM-2000wet 的多功能扫描探针显微镜, 它是一种集 STM (Scanning Tunneling Microscope)、LFM (Laser Force Microscope)、AFM 等多模式和多功能的应用仪器。实验中利用它的 AFM 功能, 横向分辨率为 0.26nm, 垂直分辨率为 0.1nm, 最大扫描范围为 50 μ m \times 50 μ m, 以动态模式工作, 针尖为微悬臂式针尖。实验所用煤是河南焦作无烟煤, 采集的煤块样品呈规则的片层状结构, 组织

收稿日期: 2006-02-28

作者简介: 常迎梅 (1981-), 硕士研究生, 主要从事精密测试技术及仪器方面的研究。

现代科学仪器 2006 6

71

疏松。因为这种结构的特点,我们就采用天然煤层面来进行扫描。从较大的煤岩块样上用小锤子敲取一块,将其切成1cm见方的切片,选择相对平整的天然煤层面作观察面,并将其背面细磨精抛光,以保证样品厚度均匀,观察前用酒精对煤表面清洗三遍以除去表面吸附的杂质微粒。实验首先用轻敲模式来进行试扫描,当表面质量较好时,然后用接触模式进行扫描,这样可以保证扫描结果的正确性。扫描完成后,利用CSPM2000 Imager 软件对扫描结果进行处理和分析。

4 结果与分析

图1是煤表面形貌的AFM图像,其中图(a)和(b),是大范围扫描的煤层表面图像,扫描范围15000nm × 15000nm。图(a)和图(b)的灰度相反,图(a)反映出煤是由大量的颗粒组成,其中亮度小的代表煤颗粒,亮度大的代表煤中的气孔。从图(b)可以看出煤表面有很多气孔。其中亮度大的代表煤颗粒,亮度小的代表煤中的气孔。图(c)是对其局部小范围的放大扫描,扫描范围8000nm × 8000nm,从图中可以清楚地看到煤中的气孔,其形状以圆形为主,其次有椭圆形,其边缘都很光滑,轮廓清晰,据AFM分析,平均气孔孔径为92.25nm,最小孔径10nm,最大孔径800nm。这些气孔形成与煤的变质过程中,是煤层气生成、运移的直接见证。图(d)是煤样品的三维立体图,其中亮度小的为煤中的孔隙。图2是煤颗粒度分布图,由颗粒分析报告可知,平均颗粒粒度是141.35 nm,最大颗粒粒度390 nm,最小颗粒粒度25 nm。

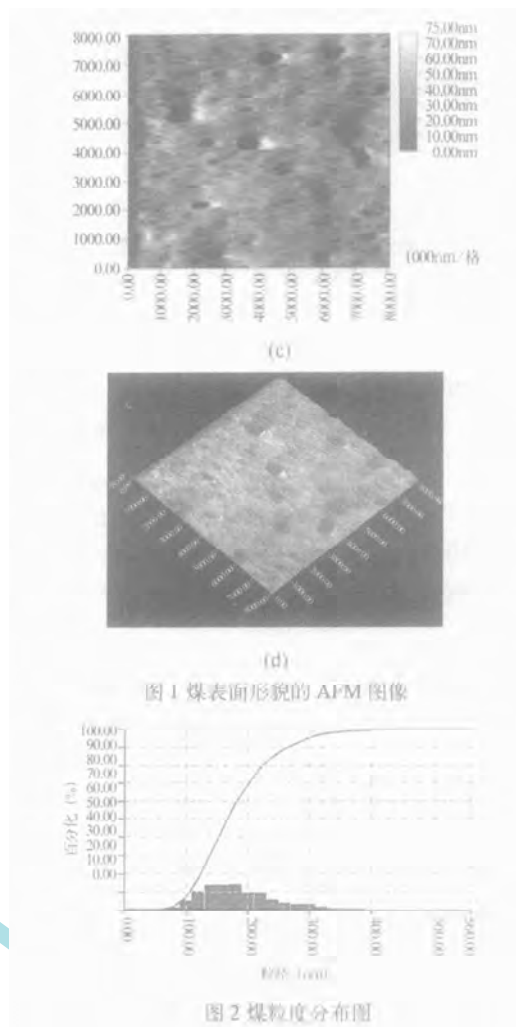


图1 煤表面形貌的AFM图像

图2 煤粒度分布图

5 结论

原子力显微镜可直接对煤进行三维测量,能形象直观地观测到煤的表面微形貌结构,不像扫描电镜那样需要对样品进行导电处理,而且具有分辨率高、能提供量化的三维信息和对样品无特殊要求的特点,通过实验可以得到煤真实、精确的表面微形貌,适合对煤进行纳米尺度上的定性和定量分析,为分析瓦斯分子在煤孔隙中的分布提供了一种研究和测量方法。

参考文献

- [1] 张慧,李小彦,等.中国煤的扫描电子显微镜研究[M].北京:地质出版社,2003.7
- [2] 白春礼.原子力显微镜的研制及应用[J].中国科学院院刊,1990,5(4):340-343
- [3] 杨起,廖立兵,等.煤结构的STM和AFM研究.科学通报[J].1994,39(7):633-635
- [4] 王晓刚,牟国栋,李晓池,等.煤矸石的纳米结构及其对合成的影响[J].无机材料学报,2001,16(4):715-719
- [5] Libing Liao, Zhesheng Ma, Nicheng Shi, Chunli Bai. Scanning tunneling microscopy of galena and molybdenite. Chinese science bulletin, 1991, 36(23):1989-1992
- [6] 刘小虹,颜肖慈,罗明道,李伟.原子力显微镜及其应用[J].自然杂志,2001,24(1):36-40