



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104198766 B

(45)授权公告日 2016.11.09

(21)申请号 201410392472.6

G01Q 30/04(2010.01)

(22)申请日 2014.08.11

G01Q 30/20(2010.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 唐峰涛

申请公布号 CN 104198766 A

(43)申请公布日 2014.12.10

(73)专利权人 中国石油天然气股份有限公司
地址 100007 北京市东城区东直门北大街9号

(72)发明人 王晓琦 金旭 李建明 孙亮
吴松涛

(74)专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127

代理人 王天尧

(51)Int.Cl.

G01Q 30/02(2010.01)

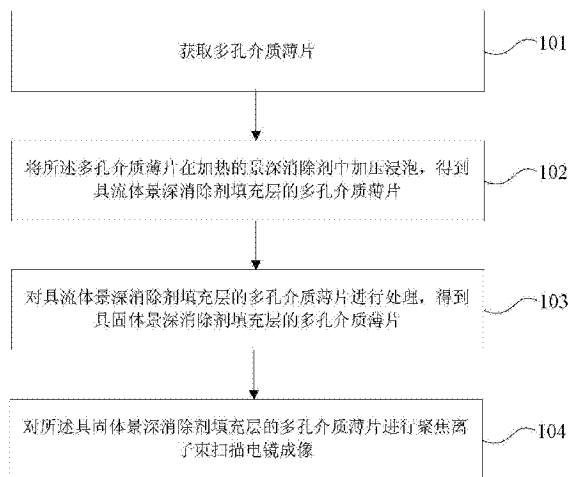
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法

(57)摘要

本发明实施例提供了一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,该方法包括:将多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;对具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;对具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像。该方案由于得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,并进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片的过程,使得多孔介质薄片上开口尺寸较大、深度较浅的介孔及大孔被填充,大孔底部不被显示,减少了景深假像的存在,从而可以有效消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像。



1. 一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,包括:

获取多孔介质薄片;

将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,所述景深消除剂是熔点大于35度的饱和烃类纯净物、熔点大于35度的烃类混合物或在预设条件下发生固化的胶粘剂;

对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;

对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像。

2. 如权利要求1所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,获取多孔介质薄片,包括:

对多孔介质材料进行加工得到所述多孔介质薄片,所述多孔介质材料内部有微纳米空隙结构。

3. 如权利要求1所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,包括:

通过冷冻干燥或固化的方式对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片。

4. 如权利要求1所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,所述景深消除剂是熔点大于35度的饱和烃类纯净物、熔点大于35度的烃类混合物或者是在预设条件下发生固化的胶粘剂。

5. 如权利要求1所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡时,加压的压力值范围是0兆帕至40兆帕。

6. 如权利要求1所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,所述多孔介质薄片的厚度范围是0.1厘米至2厘米,直径小于12厘米。

7. 如权利要求1至6任一项所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片表层100微米内完全填充加热的景深消除剂。

8. 如权利要求1至6任一项所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,包括:

选择小于等于30千伏的离子束加速电压和小于等于0.79纳安的束流的离子束进行离子刻蚀获得截面,并采用电子束及背散射探头对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像。

9. 如权利要求1至6任一项所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,包括:

将所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片制备成扫描电镜样品;

获得所述扫描电镜样品的截面,对所述截面进行聚焦离子束扫描电镜成像。

10. 如权利要求9所述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,其特征在于,获得所述扫描电镜样品的截面,包括:通过聚焦离子束扫描电镜刻蚀或离子束截面抛光的方式获得所述扫描电镜样品的截面。

消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及多孔介质表征技术领域,特别涉及一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法。

背景技术

[0002] 在多孔介质表征领域,三维成像技术对于材料骨架、孔隙空间和孔隙填充物等组分的研究有显著的优势,聚焦离子束扫描电镜(FIB-SEM)等三维重构技术已得到广泛应用。在化石能源领域,随着非常规油气成为重要的油气勘探开发对象,页岩、致密砂岩等非常规致密储层储集空间的FIB-SEM三维表征迅速发展;在新能源领域,多孔材料以其优异性能被广泛应用为燃料电池电极、太阳能电池电极、催化剂载体等,多孔材料的FIB-SEM研究也被大量报道。然而,在做离子束截面分析及多层切片成像过程中,由于聚焦离子束扫描电镜成像存在较大景深,对于开口尺寸较大、深度较浅的介孔及大孔,大孔底部也被显示,造成灰度上的假像(即聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像),从而干扰对孔隙的分辨,并为后期基于灰度的三维重构带来巨大的困难。

[0003] 目前尚无对该问题提出解决方案的报道,科研人员大多利用后期重构软件(如Avizo Fire软件等)手动地对景深假象进行消除,导致人为因素较大,难以准确区分孔隙及骨架,并导致在IB-SEM自动切片成像后期三维重构(例如,定量计算孔隙度、基于孔隙数值模拟)时有较大误差乃至出现谬误。

发明内容

[0004] 本发明实施例提供了一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,解决了现有技术中由于手动对景深假象进行消除而导致的人为因素大、FIB-SEM自动切片成像后期三维重构时误差大的技术问题。

[0005] 本发明实施例提供了一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,该方法包括:获取多孔介质薄片;将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像。

[0006] 在一个实施例中,获取多孔介质薄片,包括:对多孔介质材料进行加工得到所述多孔介质薄片,所述多孔介质材料内部有微纳米空隙结构。

[0007] 在一个实施例中,对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,包括:通过冷冻干燥或固化的方式对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片。

[0008] 在一个实施例中,所述景深消除剂是熔点大于35度的饱和烃类纯净物、熔点大于35度的烃类混合物或者是在预设条件下发生固化的胶粘剂。

[0009] 在一个实施例中,将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡时,加压的压力值范围是0兆帕至40兆帕。

[0010] 在一个实施例中,所述多孔介质薄片的厚度范围是0.1厘米至2厘米,直径小于12厘米。

[0011] 在一个实施例中,所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片表层100微米内完全填充加热的景深消除剂。

[0012] 在一个实施例中,对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,包括:选择小于等于30千伏的离子束加速电压和小于等于0.79纳安的束流的离子束进行离子刻蚀获得截面,并采用电子束及背散射探头对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像。

[0013] 在一个实施例中,对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,包括:将所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片制备成扫描电镜样品;获得所述扫描电镜样品的截面,对所述截面进行聚焦离子束扫描电镜成像。

[0014] 在一个实施例中,获得所述扫描电镜样品的截面,包括:通过聚焦离子束扫描电镜刻蚀或离子束截面抛光的方式获得所述扫描电镜样品的截面。

[0015] 在本发明实施例中,通过将多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,并对具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,使得多孔介质薄片上开口尺寸较大、深度较浅的介孔及大孔被填充,然后,对具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,使得大孔底部不被显示,减少了景深假像的存在,从而可以有效消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像,降低了由于手动对景深假象进行消除而导致的人为因素、FIB-SEM自动切片成像后期三维重构时的误差。

附图说明

[0016] 此处所说明的附图用来提供对本发明的进一步理解,构成本申请的一部分,并不构成对本发明的限定。在附图中:

[0017] 图1是本发明实施例提供的一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法的流程图。

具体实施方式

[0018] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚明白,下面结合实施方式和附图,对本发明做进一步详细说明。在此,本发明的示意性实施方式及其说明用于解释本发明,但并不作为对本发明的限定。

[0019] 在本发明实施例中,提供了一种消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,如图1所示,该方法包括:

[0020] 步骤101:获取多孔介质薄片;

[0021] 步骤102:将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;

[0022] 步骤103:对所述具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体

景深消除剂填充层的多孔介质薄片；

[0023] 步骤104:对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像。

[0024] 由图1所示的流程可知,在本发明实施例中,通过将多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,并对具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,使得多孔介质薄片上开口尺寸较大、深度较浅的介孔及大孔被填充,然后,对具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,大孔底部不被显示,减少了景深假像的存在,从而可以有效消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像,降低了由于手动对景深假象进行消除而导致的人为因素、FIB-SEM自动切片成像后期三维重构时的误差。

[0025] 具体实施时,由于经过在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,并进行固化处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片的过程,观测到填充的空隙空间均是相互连通的空隙,因此可以通过二维截面成像及三维重构对孔隙连通性进行定量评价,使得上述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法可以进行致密储层岩石样品连通孔隙的景深假像消除,进而可以为非常规油气储层的孔隙连通性评价及储集空间总体评价提供准确有效的原始数据。

[0026] 在具体实施时,可以通过以下方式来获取多孔介质薄片,例如,对多孔介质材料进行加工得到所述多孔介质薄片,对多孔介质材料进行切割钻取、表面打磨抛光、超声清洗、真空烘干工艺得到多孔介质薄片,加工后得到的多孔介质薄片厚度范围为0.1~2cm,直径<12cm。具体的,该多孔介质材料内部有微纳米空隙结构,例如,多孔介质材料可以是氧化硅、氧化铝、氧化锆、碳化硅等多孔无机非金属材料,可以是多孔镍、铜、金、铂、铜、钯、钛等纳米多孔金属材料,也可以是泥岩、页岩、致密砂岩、致密灰岩、致密碳酸盐岩等天然致密储层岩石,多孔介质块体为介孔材料时,孔径可以是2至50纳米,多孔介质块体为大孔材料时,孔径大于50纳米,多孔介质块体还可以是致密砂岩等非常规储层样品,使得上述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法具有广泛的适用范围。

[0027] 具体实施时,可做上述景深消除剂的物质种类繁多,例如,景深消除剂可以是熔点大于35度的饱和烃类纯净物(如二十烷等)、熔点大于35度的烃类混合物(如石蜡等)或者是在预设条件下发生固化的胶粘剂(如 α -氰基丙烯酸乙酯及环氧树脂等),胶粘剂的加热温度可以是20~200℃,具体温度有具体的景深消除剂类型决定。

[0028] 具体实施时,可以通过多种方式来加热上述景深消除剂,例如,加热设备可以是简单的电热套、水浴、油浴、水热反应釜或石油地质领域中的加压饱和油设备等。

[0029] 具体实施时,将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡时,加压的压力值范围是0兆帕至40兆帕,以不破坏多孔介质薄片为前提。

[0030] 具体实施时,由于观察面较浅,因此不必完全填充饱和,将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片的过程中,只需将所述多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,使得所述多孔介质薄片表层100微米内完全填充加热的景深消除剂即可。

[0031] 具体实施时,对具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片的过程可以是:根据景深消除剂的类型,选择冷冻干燥

或固化等处理方式,对具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,使得多孔介质薄片空隙内填充的流体景深消除剂变为固体景深消除剂,以得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片。

[0032] 具体的,对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像的过程,包括:将所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片制备成扫描电镜样品,例如,扫描电镜样品制备包括在样品表面镀碳、镀铂、镀金等;获得所述扫描电镜样品的截面,对所述截面进行聚焦离子束扫描电镜成像,具体的,获得所述扫描电镜样品的截面的方式可以是聚焦离子束扫描电镜刻蚀或离子束截面抛光。

[0033] 具体实施时,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片后,选择不破坏固体景深消除剂填充层的预设离子束加速电压和预设束流参数,并采用背散射探头的方式,对所述具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,例如,将具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片粘贴到电镜样品台上,表面镀碳,倾斜样品台,使样品台垂直于离子束,利用低束流的离子束刻蚀出截面,以FEI Helios650设备为例,选择离子束加速电压小于等于30kV,束流小于等于0.79nA的束流的离子束进行离子刻蚀获得截面,以确保固体的景深消除剂不被离子束局部熔化而挥发,利用电子束及背散射探头(或者二次电子探头、能谱探头等)进行成像,成像时间、加速电压、束流均应在保证分辨率的前提下尽量小,以确保成像过程中电子束不对新鲜界面的破坏,以FEI Helios650设备为例,选用TLD探头BSE模式成像,加速电压2kV,束流0.8nA,1536*1024分辨率时,电子束驻留时间30 μ s。该消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法适用于扫描电镜高真空下的成像,无需低真空或环境扫描模式。

[0034] 以下结合具体实例来详细描述上述消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像的方法,该方法包括:

[0035] 步骤1:多孔介质材料以介孔氧化锆材料为例,取其中一块介孔氧化锆材料,经切割、表面打磨、超声清洗、真空干燥后获得2块直径20mm,厚度2mm的薄片,表面用1800目砂纸打磨,用去离子水及无水乙醇分别超声清洗20分钟,随后80 $^{\circ}$ C真空干燥24h后,获得介孔氧化锆多孔薄片;

[0036] 步骤2:景深消除剂以正二十烷为例,称取20g正二十烷固态样品置于圆底烧瓶中,80 $^{\circ}$ C磁力搅拌加热将其完全熔化为液态,将介孔氧化锆薄片浸入液面加压,接冷凝管,常压下加热24h,获得具液态正二十烷填充层的介孔氧化锆薄片,即具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;

[0037] 步骤3:将步骤2得到的具液态正二十烷填充层的介孔氧化锆薄片冷冻干燥24h,使其中填充的正二十烷凝固,得到具固态正二十烷填充层的介孔氧化锆薄片,即具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片;

[0038] 步骤4:将未浸泡的介孔氧化锆薄片及步骤3得到的具固态正二十烷填充层的介孔氧化锆薄片分别用导电胶粘贴到扫描电镜样品台上,表面镀碳;

[0039] 步骤5:用FEI公司的Helios650聚焦离子束双束扫描电镜分别分析步骤4制备的两块介孔氧化锆电镜样品,用离子束轰击得到截面,离子束参数为加速电压30kV,束流0.79nA,用TLD探头BSE模式进行成像分析,电子束成像参数为2kV,0.8nA,1536*1024分辨率时,电子束驻留时间30 μ s,分别得到两块介孔氧化锆电镜样品的电镜图像,观察图像可以看

到景深假像消除剂有明显的效果,未使用景深假像消除剂前,大部分孔隙均存在景深假像,对于孔隙边界确定有很大影响,使用景深假像消除剂后,截面表面平整,大孔均被填实,另外从图中可以看到孤立的孔隙成明显的黑色,该方法对于后期三维重构的精确性提高、孔隙连通性评价有重要意义。

[0040] 在本发明实施例中,通过将多孔介质薄片在加热的景深消除剂中加压浸泡,得到具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,并对具流体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行处理,得到具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片,使得多孔介质薄片上开口尺寸较大、深度较浅的介孔及大孔被填充,然后,对具固体景深消除剂填充层的多孔介质薄片进行聚焦离子束扫描电镜成像,使得大孔底部不被显示,减少了景深假像的存在,从而可以有效消除聚焦离子束扫描电镜成像时的景深假像,降低了由于手动对景深假象进行消除而导致的人为因素、FIB-SEM自动切片成像后期三维重构时的误差。

[0041] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明实施例可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

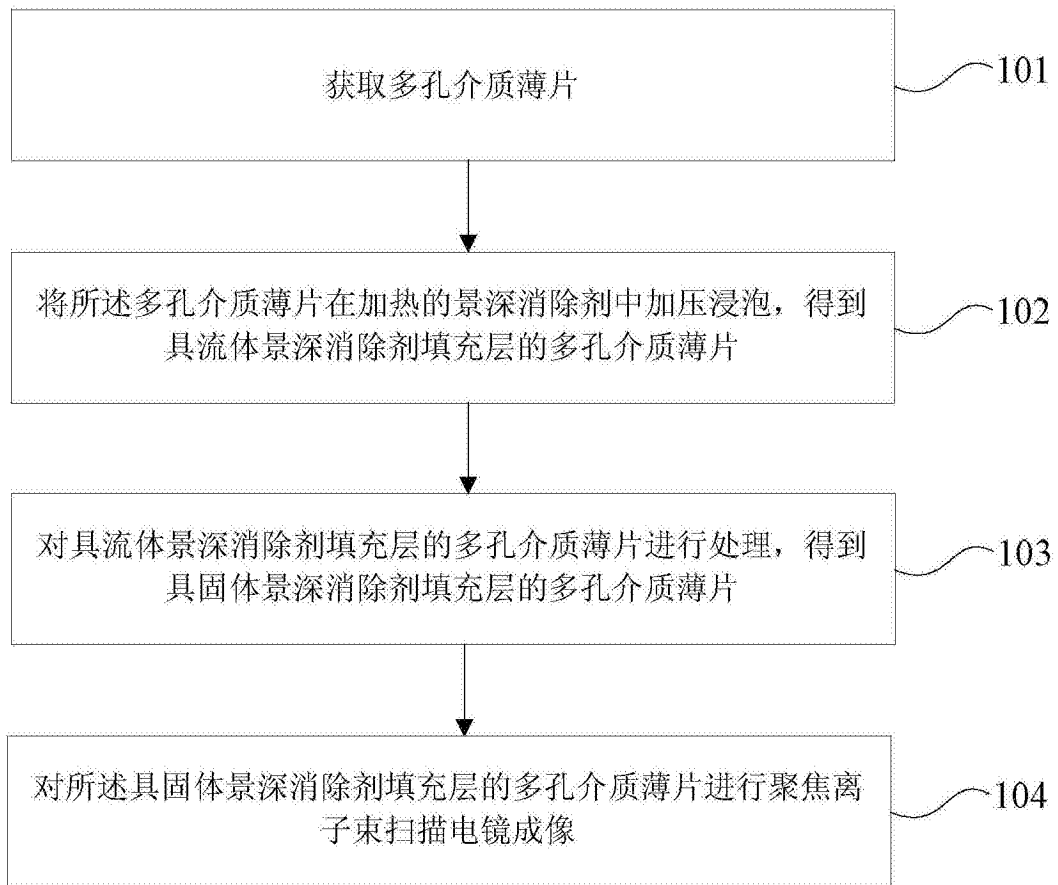


图1