

Technical Improvement and Functional Development of Ion Beam Thinner

Shujing Jiao¹, Feng Yang¹, Daqiang Jiang¹, Dongchuan Xue²

¹College of Science, China University of Petroleum, Beijing

²CNOOC Research Institute, Beijing

Email: jiaosj@cup.edu.cn

Received: May 2nd, 2018; accepted: May 16th, 2018; published: May 24th, 2018

Abstract

Ion beam thinner is a kind of equipment to prepare samples of transmission electron microscope (TEM). The principle of Ion beam thinner is using the ionized argon to bombard the surface of samples, then the samples are thinning down. Micro pores and micro fractures are storage space and circulation passage, and there is very important research value. The micro pores and micro fractures are so small, that they are difficult to be observed by scanning electron microscope (SEM) in conventional method of sample preparation. Some foreign researchers adopt the ion-milled equipment to process the surface of samples, to smooth the surface, and then it is easy to see the nano-pores and nano-fractures in the sample with SEM. At that time, there isn't such equipment in China, so we transformed the Ion beam thinner, and realized the function of ion-milling of shale samples, and met the demand of shale gas research.

Keywords

Ion Beam Thinner, Ion-Milling Equipment, Functional Development, Shale, Pore, Scanning Electron Microscope (SEM)

离子减薄仪技术改进及功能开发

焦淑静¹, 杨峰¹, 姜大强¹, 薛东川²

¹中国石油大学(北京)理学院, 北京

²中海油研究总院, 北京

Email: jiaosj@cup.edu.cn

收稿日期: 2018年5月2日; 录用日期: 2018年5月16日; 发布日期: 2018年5月24日

摘要

离子减薄仪是一种用来制备透射电镜样品的设备,其原理是利用被电离的氩离子轰击样品表面,从而使样品减薄,达到透射电镜观察要求。页岩中的微孔隙及微裂缝是页岩气储存空间及流通通道,有重要的研究价值,然而页岩中的孔隙微小,多为纳米级,用传统的制样方法很难观察到。国外一些研究人员采用氩离子抛光制样方法,成功地观察到了页岩中的纳米级孔隙,由于国内当时还没有此类设备,我们把实验室原有的离子减薄仪进行开发,成功地实现了氩离子抛光的功能,满足了科研需求。

关键词

离子减薄, 氩离子抛光, 功能开发, 页岩, 孔隙, 扫描电镜

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 离子减薄仪功能开发背景

页岩气是从页岩层中开采出来的一种非常重要的非常规天然气资源,在世界范围内广泛分布,美国最先对页岩气进行开采,并取得巨大的成功,中国的页岩气资源储量丰富,具有较大的资源潜力和勘探开发前景[1] [2] [3] [4]。页岩气以自生自储的方式存在于页岩的微小孔隙及裂缝中,所以页岩中的微孔隙及微裂缝为页岩气开采评价的重要研究内容。

页岩中孔隙多为纳米级,由于样品表面凹凸不平,使用常规制样方法很难用扫描电镜观察到这些孔隙。国外研究人员采用一项技术,先用机械方法把样品表面磨平,然后把样品放入氩离子抛光仪中,对样品表面进行抛光,抛光后的样品表面光滑平整,能够比较容易地用扫描电镜观察其中的孔隙[5] [6] [7] [8]。当时对氩离子抛光设备的需求非常强烈而且紧迫,然而国内还没有单位引进该类设备,我们决定对我实验室原有的离子减薄仪进行改造,使其实现氩离子抛光功能。

沈阳华业 LJB-1A 型离子减薄仪是我实验室 2009 年购置的设备(如图 1 所示),作用是对样品进行减薄,以满足透射电镜观察要求,由于与该设备同时购置的还有一台进口的离子减薄仪,其利用率并不高。

2. 设备功能开发过程

离子减薄仪的工作原理是:利用高压对氩气进行电离,电离后的氩离子在电场作用下,轰击样品表面,样品在氩离子的不断轰击下逐渐减薄,直至满足透射电镜观察要求。氩离子抛光仪与离子减薄仪工作原理一致,也是用氩离子轰击样品表面,使样品表面变的光滑平整,所以设备基本结构不需要改动。

离子减薄仪专门为制备透射样品而设计(透射电镜样品为直径 3 mm,厚度几个微米的薄片),为了满足设备工作条件,扫描电镜样品需要进行预处理,首先把样品切割成 1 mm 厚的薄片,再用砂纸对样品表面进行打磨,对样品表面打磨时,砂纸选择要由粗到细,最后的砂纸目数为 2000~3000 目。

透射电镜样品尺寸很小,样品要粘在载片中间的小孔上。扫描电镜观察的样品尺寸比透射样品大的多,为了提高效率,我们一次可以多放几个样品,用热熔胶固定在样品台上(如图 2 所示)。接下来的工作是调整工作参数,包括电压、氩离子流,样品倾角、抛光时间等。增加工作电压和氩离子流可以提高抛光效率,但是这两个参数过高容易对样品造成损伤;样品倾角大,抛光面积小,效率高,样品倾角小,



Figure 1. Picture of ion beam thinner

图 1. 离子减薄仪设备照片

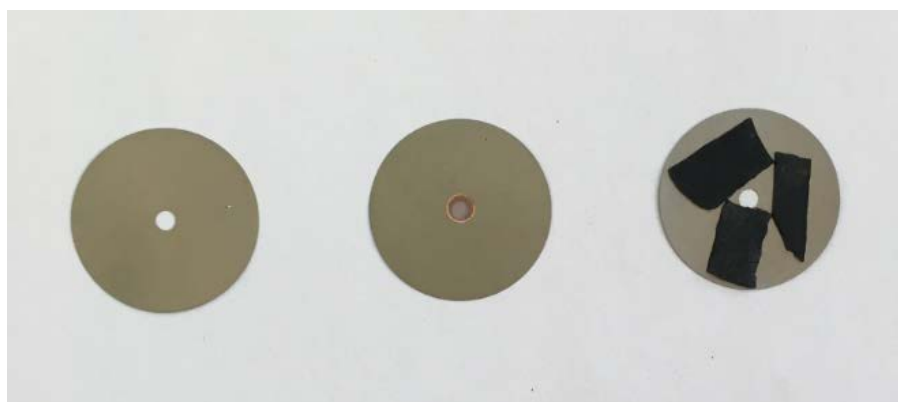


Figure 2. Sample holders, the left one is a holder without sample, the middle one is a holder with a TEM sample, the right one is a holder with 3 shale samples

图 2. 样品载片, 左边第一个是空白载片, 第二个是装有透射电镜样品的载片, 第三个是装有页岩样品的载片

抛光面积大, 但是效率低。经过反复调整参数, 发现当电压为 5 KV, 氩离子流 100 μA , 样品倾角 5° , 抛光时间 7 小时抛光效果最佳。

3. 实际应用效果

抛光后的样品拿到扫描电镜下观察, 样品表面平整, 孔隙清晰可见, 抛光效果达到国外进口设备水平, 实现了观察页岩中微小孔隙的目的。未进行氩离子抛光的样品, 表面凹凸不平, 页岩中的微小孔隙及裂缝被掩盖(如图 3 所示), 抛光后的样品表面光滑平整, 可见有机质及矿物质的分布情况。抛光后的样品适合用背散射模式观察, 背散射模式利用平均原子序数衬度成像, 原子序数越高, 亮度就越高[9] [10]。图 4 中黑色为有机质(主要成分是 C, 原子序数最低), 白色为黄铁矿(成分是 FeS_2 , 平均原子序数最高), 灰色为碳酸盐及硅酸盐类矿物[11] [12] (原子序数介于有机质和黄铁矿之间)。图 5 和图 6 是抛光后的样品的表面形貌, 微裂缝及微孔隙清晰可见。

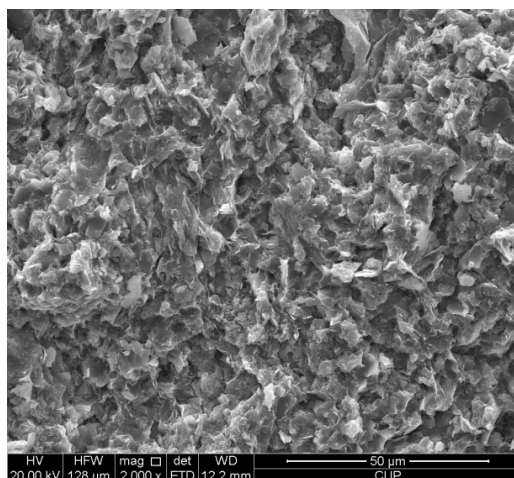


Figure 3. The surface of shale sample without ion-milling is rough
图 3. 样品进行氩离子抛光前扫描电镜图片表面凹凸不平

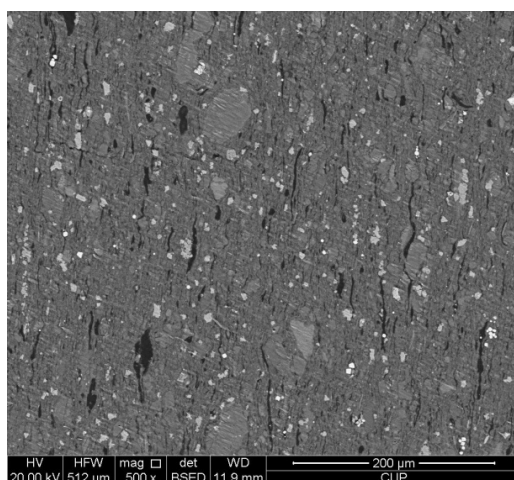


Figure 4. The surface of shale sample after ion-milling is smooth
图 4. 样品氩离子抛光后，扫描电镜图片表面光滑平整

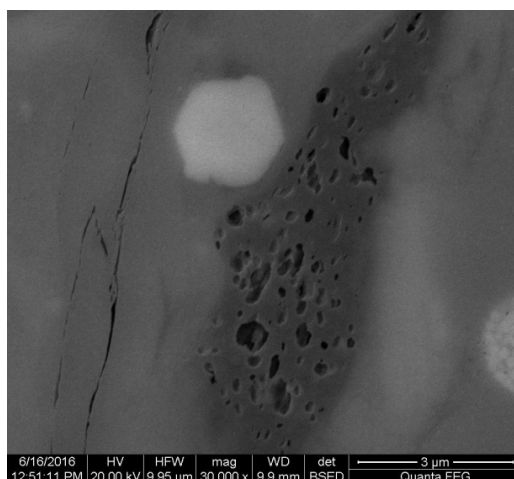


Figure 5. The micro pores can be seen in the sample after ion-milling
图 5. 抛光后样品表面的微孔隙

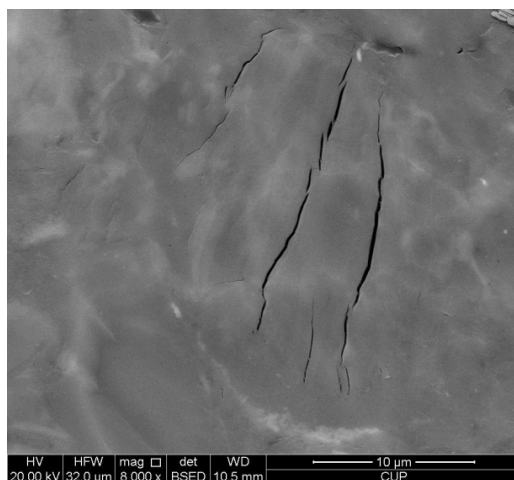


Figure 6. The micro cracks can be seen in the sample after ion-milling
图 6. 抛光后样品表面的微裂缝

4. 作用及意义

页岩气是一种重要的非常规油气资源，21 世纪美国页岩气开发取得突破性进展，实现大规模工业化开采，使美国一改天然气大举进口的局面，实现全面的自给自足，还有望成为液化天然气出口国。我国蕴藏丰富的页岩气资源，但我国的页岩气开采难度更大，页岩气层深度比美国深得多，目前勘探开发还处于初级阶段，还有许多基础研究有待开展，其中作为页岩气储存空间及流通通道的微孔隙及微裂缝有着重要的研究价值。我们对离子减薄仪进行功能开发，实现了页岩样品的氩离子抛光，并成功地用扫描电镜观察到了页岩中各种类型的微孔隙及微裂缝，为对页岩进行深入研究提供了一个有效手段。对离子减薄仪进行功能开发，满足了科研对氩离子抛光仪的急需，同时提高了设备利用率，增加了实验室的服务项目。

参考文献

- [1] 张金川, 徐波, 聂海宽, 等. 中国页岩气资源勘探潜力[J]. 天然气工业, 2008, 28(6): 136-140.
- [2] 张雪芬, 陆现彩, 张林晔, 等. 页岩气的赋存形式研究及其石油地质意义[J]. 地球科学进展, 2010, 25(6): 597-603.
- [3] 江怀友, 宋新民, 安晓璇, 等. 世界页岩气资源与勘探开发技术综述[J]. 天然气技术, 2008, 2(6): 26-30.
- [4] 徐建永, 武爱俊. 页岩气发展现状及勘探前景[J]. 特种油气藏, 2010, 17(5): 1-7.
- [5] Schieber, J. (2010) Common Themes in the Formation and Preservation of Intrinsic Porosity in Shales and Mudstones-Illustrated with Examples across the Phanerozoic. *SPE Unconventional Gas Conference*, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 23-25 February 2010, SPE-132370.
- [6] Reed, R.M. and Loucks, R.G. (2007) Imaging Nanoscale Pores in the Mississippian Baenett Shale of the Northern Fort Worth Basin. *AAPG Annual Convention Abstracts*, **16**, 115.
- [7] Milner, M., McLin, R. and Petriello, J. (2010) Imaging Texture and Porosity in Mudstones and Shales: Comparison of Secondary and Ion-Milled Backscatter SEM Methods. *SPE Canadian Unconventional Resources & International Petroleum Conference*, Calgary, Alberta, Canada, 19-21 October 2010, SPE-138975. <https://doi.org/10.2118/138975-MS>
- [8] Daniel, J.K.R. and Bustin, R.M. (2009) The Importance of Shale Composition and Pore Structure upon Gas Storage Potential of Shale Gas Reservoirs. *Marine and Petroleum Geology*, **26**, 916-927. <https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2008.06.004>
- [9] 焦淑静, 韩辉, 翁庆萍, 等. 页岩孔隙结构扫描电镜分析方法研究[J]. 电子显微学报, 2012, 31(5): 432-436.
- [10] 焦淑静, 张慧, 薛东川. 页岩样品自然断面与氩离子抛光扫描电镜制样方法的比较与应用[J]. 电子显微学报,

2016, 35(6): 544-549.

[11] 张慧, 李小彦, 郝琦, 等. 中国煤的扫描电子显微镜研究[M]. 北京: 地质出版社, 2003.

[12] 张慧, 焦淑静, 庞起发, 等. 中国南方早古生代页岩有机质的扫描电镜研究[J]. 石油与天然气地质, 2015, 36(4): 675-680.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2160-7567, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: app@hanspub.org