

DOI: 10.11779/CJGE2017S1001

# 基于 SEM 图片的钙质砂连通孔隙分析

蒋明镜<sup>1,2</sup>, 吴迪<sup>1,2</sup>, 曹培<sup>1,2</sup>, 丁志军<sup>3</sup>

(1. 同济大学岩土及地下工程教育部重点实验室, 上海 200092; 2. 同济大学地下建筑与工程系, 上海 200092;  
3. 上海理工大学土木工程系, 上海 200093)

**摘要:** 钙质砂是一种以碳酸钙为主要成分的特殊砂土, 由于在形成过程中保留了原生物的骨架, 故钙质砂颗粒不仅形状各异而且富含孔隙。颗粒孔隙的存在对钙质砂的压缩、剪切、强度和破碎性等力学性质有很大影响。针对这一问题, 取南海一处岛礁建设地基的钙质砂试样, 根据粒径大小将其分为 6 个不同的粒组, 在每个粒组中选出不同形状的代表性颗粒, 对其进行电镜扫描试验。借助 MATLAB 图像处理程序, 选取合适的阈值对扫描试验得到的图片进行二值化处理, 对钙质砂的连通孔隙进行了分析, 系统的研究了不同粒径和粒形钙质砂颗粒的表观孔隙率的分布规律。结果表明: 对于粒径小于 1 mm 的颗粒, 面孔隙度随着粒径的增大而增大, 不同形状颗粒面孔隙度差别不大; 粒径超过 1 mm 后, 面孔隙度随着粒径的增大而减小; 条状颗粒面孔隙度最大而片状颗粒的面孔隙度最小。

**关键词:** 电镜扫描试验; 钙质砂; 二值化图像; 颗粒内孔隙

中图分类号: TU411 文献标识码: A 文章编号: 1000 - 4548(2017)S1 - 0001 - 05

**作者简介:** 蒋明镜 (1965 - ), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事天然结构性黏土、砂土、太空土、深海能源土、非饱和土的宏、微观之试验、本构模型和数值分析方面的研究以及土体逐渐破坏分析。E-mail: mingjingjiang@tongji.edu.cn。

## Connected inner pore analysis of calcareous sands using SEM

JIANG Ming-jing<sup>1,2</sup>, WU Di<sup>1,2</sup>, CAO Pei<sup>1,2</sup>, DING Zhi-jun<sup>3</sup>

(1. Key Laboratory of Geotechnical and Underground Engineering of Ministry of Education, Tongji University, Shanghai 200092, China;  
2. Department of Geotechnical Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China; 3. Department of Civil Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

**Abstract:** Calcareous sand is a special kind of geotechnical sand which consists of much carbonate. Based on the remains of the original marine organisms, the calcareous sand grains have irregular shapes and contain inner pores. The inner pore structure has great effect on the mechanical properties of the calcareous sand. To investigate the distribution of inner pores, the calcareous sand samples from the South China Sea are divided into six groups according to grain size, and a series of scanning electron microscopy (SEM) tests are carried out on different shape grains from each group. MATLAB is used to process the images got from the SEM tests with proper threshold values. The effects of grain size and grain shape on inner pores of calcareous sands are analyzed. The results reveal that, for the sand grains with size less than 1 mm, the porosity increases with the growth of grain size and there is no obvious difference between the porosity of grains with different shapes. However, for the sand grains with size greater than 1 mm, the porosity decreases with the growth of grain size and the strip shape grains have the largest porosity while the slice shape grains have the smallest one.

**Key words:** scanning electron microscope; calcareous sand; binary image; inner pore

## 0 引 言

钙质砂是一种碳酸钙含量达到 50% 以上的海洋生物成因的粒状材料<sup>[1]</sup>。由于钙质砂在沉积过程大多未经长途搬运, 保留了原生物骨架中的细小孔隙, 形成的土颗粒孔隙丰富 (含有内孔隙)、形状不规则<sup>[2]</sup>, 所以钙质砂的工程力学性质有别于一般陆相、海相沉积物。

孔隙是土体微观结构的一个重要组成部分。已有

的研究表明<sup>[3-4]</sup>, 钙质砂的内孔隙密切影响着钙质砂的力学特性, 细观上表现在对单颗粒强度的影响; 宏观上表现在对压缩、剪切以及土体液化特性的影响。所以为了更好地分析钙质砂的宏观力学特性, 必须对钙质砂的孔隙特征进行微观分析。

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51579178)

收稿日期: 2016 - 11 - 28

钙质砂的内孔隙可以分为完全密闭的封闭孔隙和相互贯通的连通孔隙, 连通孔隙与颗粒表面的孔洞相连, 内部结构复杂(见图1)。关于内孔隙的主要研究手段有电子显微镜观测分析、压汞试验以及气体吸附试验。Zhu等<sup>[5]</sup>和朱长歧等<sup>[6]</sup>对南海钙质砂颗粒进行飞秒切割, 通过光学显微镜获取颗粒的内孔隙图像, 对内孔隙进行了定量分析, 发现内孔隙断面密度很小, 其大小和粒径有关, 缝隙状内孔隙占比极低。杨峰等<sup>[7]</sup>和张先伟等<sup>[8]</sup>分别使用压汞-氮气吸附和扫描电镜-压汞-氮气吸附联合方法分析了页岩和近海黏土的孔隙特征, 较好的对孔隙特征进行了定性和定量分析。可以看出, 目前对内孔隙的研究主要集中在孔隙的形状分布以及孔隙的大小体积两个方面, 关于形状和粒径对钙质砂颗粒内孔隙分布影响的系统分析还鲜有研究。

鉴于此, 本文通过试验, 获取钙质砂表面形貌特征的 SEM 图像, 通过对图像进行数字化处理和统计分析, 提取了图像中定量化的孔隙结构信息, 分析了不同形状和粒径颗粒的孔隙分布规律进行了讨论。

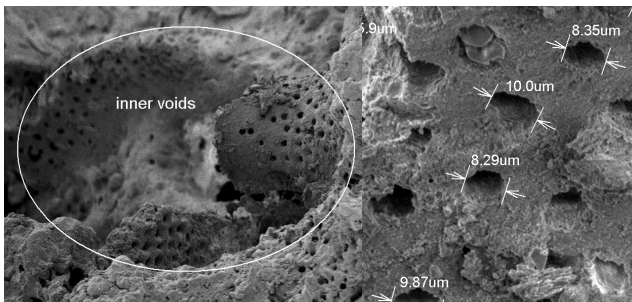


图1 钙质砂颗粒连通孔隙扫描电镜示意图  
Fig. 1 SEM photos of connected inner pores

## 1 试验方案

钙质砂的内孔隙对钙质砂的宏观力学性质有较大影响, 钙质砂在沉积、搬运或受到外部荷载的作用下原生颗粒会部分受到损伤, 内部丰富的孔隙会暴露, 这些孔隙的形状和分布可以被高倍电镜观察到。

### 1.1 试验设备

采用同济大学地下建筑与工程系国家重点实验室的 Hitachi SU1510 型扫描电子显微镜对钙质砂颗粒表面的连通孔隙进行观测, 设备主要参数: 加速电压 0.3~30 kV, 分辨率 4~0.4 nm, 最大放大倍率 20 万。

### 1.2 试样制备

试样为取自南海某礁岛基地处的未胶结钙质砂颗粒, 经过蒸馏水清洗后在烘箱中烘干 8 h 以上备用。为研究不同粒径、不同颗粒形状钙质砂颗粒连通孔隙的分布规律, 将取得的样品分为以下粒径组: <0.25

mm, 0.25~0.5 mm, 0.5~1 mm, 1~2 mm, 2~3.3 mm 和 3.3~5 mm。每个粒径组分 3 种形状, 分别为块状、条状和片状(见图2), 每种形状取若干颗粒。

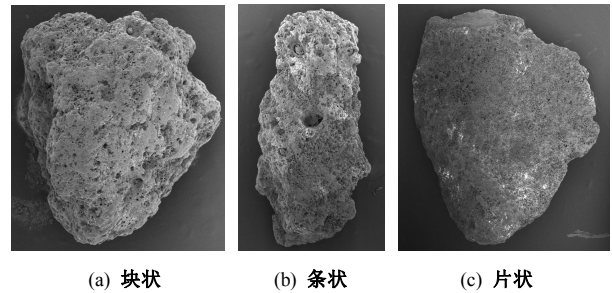


图2 钙质砂不同形状颗粒电镜扫描图

Fig. 2 SEM photos of different shapes

## 2 图像处理与计算

### 2.1 连通孔隙图像的获取

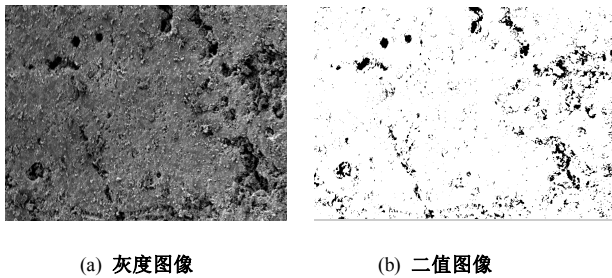
每个粒径组取 10 个左右颗粒进行拍照, 由于颗粒粒径跨度较大, 所以每一个颗粒都要进行 500 倍、1000 倍和 2000 倍 3 种放大倍率的拍照, 之后选取颗粒外观清晰, 孔隙分布均匀的照片进行二值化处理。颗粒连通孔隙的 SEM 照片所蕴含的信息包括颗粒长轴定向度、孔隙形状和孔隙率<sup>[9]</sup>, 本文采用 Matlab 软件对 SEM 照片进行二值化处理, 并且对孔隙度进行量化处理。

二值化的过程主要包括两个步骤, 第一个是对 SEM 照片的读取, 首先将电镜扫描得到的照片用 IMREAD 函数进行读取然后转换照片格式得到灰度图像, 可以将其结果输出, 以检查在实现函数过程中是否错误, 同时根据灰度值, 将照片保存到一个矩阵中; 第二步是根据得到的灰度矩阵, 选取合适的阈值, 大于这个阈值的矩阵数值设为 1, 小于这个阈值的矩阵数值设为 0。在同一分辨率下, 灰度阈值(Threshold of grey-level)的选取是决定二元图像能否真实反映孔隙结构的关键<sup>[10]</sup>, 本文采取自然观测的方法来选取阈值。

在 Matlab 程序中, 可以直接根据灰度矩阵的最大值和最小值设定一个 level 值, 任意一个灰度值和最大值的差比上最大值和最小值的差值, 这个比例如果大于 level 值, 对应的灰度值被设为 1, 反之则为 0。通过不断的调节这个 level 值, 比较 SEM 照片的孔隙与二值图像之间的差别, 确定一个最优的 level 值。确定 level 值之后, 即可得到一个 0 和 1 的数字矩阵, 矩阵元素为 1 所代表的图像表示白色也就是土骨架部分, 0 表示黑色也就是孔隙部分。图像处理过程如图 3 所示。

为了尽量保证拍照的代表性, 对于同一个颗粒, 选取 3 个不同的区域进行 SEM 拍照, 对每个区域选

取都进行面孔隙度分析, 然后取平均值作为该颗粒的面孔隙度, 从而减小试验误差, 如图 4 所示。



(a) 灰度图像

(b) 二值图像

图 3 钙质砂连通孔隙图

Fig. 3 SEM photos of connected inner pores

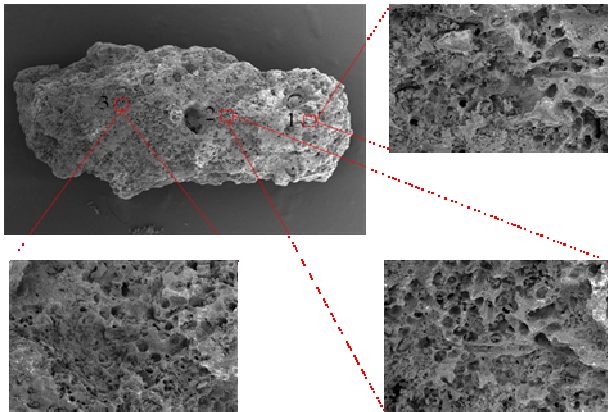


图 4 钙质砂分区域扫描拍照图

Fig. 4 SEM photos of different regions

## 2.2 孔隙参数计算

将二值图像的矩阵输出, 其中孔隙部分由 0 元素表示, 利用 Matlab 计算图像中孔隙的面积。本文采用面孔隙度来作为钙质砂 SEM 颗粒连通孔隙的表征方法。面孔隙度  $n$  即孔隙所占的面积在整个拍照区域内的比值, 其表达式为

$$n = \frac{S_a}{S} \times 100\% \quad (1)$$

式中,  $S_a$  为图像中孔隙的面积,  $S$  表示这个拍照区域的面积。

对于二值图像来说, 黑色区域表示孔隙, 白色部分表示土骨架, 黑色区域面积与整个区域的比值即为面孔隙度。保存二值图像的矩阵中, 每个矩阵元素都表示相同的图像面积, 故面孔隙度可以表示为零元素个数与整个矩阵元素个数的比值。整理不同颗粒粒径和颗粒形状的 SEM 照片, 结果如下节所示。

## 3 试验结果

本次试验中选用的钙质砂取自南海某建设地基, 颗粒以生物成因的钙质砂为主, 孔隙丰富, 相互连通, 所以在遴选 SEM 颗粒时应该首先对其进行目测, 剔除一部分所占比例不高的颗粒, 比如石英成分较多的

孔隙较少的颗粒。下面是试验统计结果。

### 3.1 不同粒径颗粒的试验结果

通过对  $<0.25$  mm,  $0.25 \sim 0.5$  mm,  $0.5 \sim 1$  mm,  $1 \sim 2$  mm,  $2 \sim 3.3$  mm,  $3.3 \sim 5$  mm 六个粒径组的颗粒进行 SEM 扫描, 整理得到各个粒径组的平均面孔隙度, 如图 5 所示, 并对粒径与面孔隙度的关系进行曲线拟合。从图上我们可以看到, 不同粒径钙质砂颗粒面孔隙度分布从  $2\% \sim 15\%$  不等, 分布范围广泛。随着粒径的增加, 面孔隙度先增加, 到粒径大于  $0.5$  mm 小于  $1$  mm 时达到最大值, 然后随着粒径增大缓缓减小。文献[6]计算了粒径在  $2$  mm 以上和  $1 \sim 2$  mm 的钙质砂颗粒切割断面的面孔隙度, 分别为  $1.07\%$  和  $0.66\%$ , 远低于本文的计算结果。一方面可能是因为两者的砂样取自南海的不同地点, 试样本身有所差异; 另一方面也说明了钙质砂表面的部分孔隙并没有贯穿整个颗粒, 仅是颗粒表面附近的孔洞, 颗粒内部的孔隙度远低于表面。

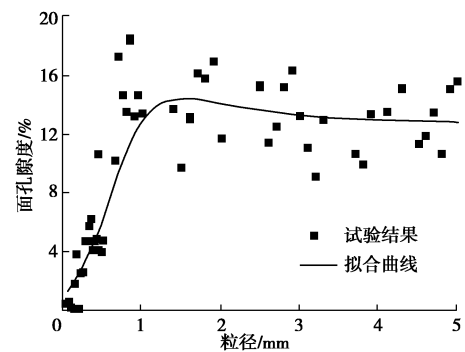
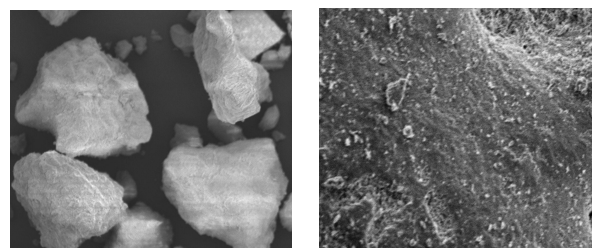


图 5 不同粒径钙质砂颗粒面孔隙度

Fig. 5 Facet void ratios of different particle diameters

图 6 对比不同粒径颗粒表面 SEM 照片, 从拍照结果来看粒径小于  $0.5$  mm 的颗粒表面比较光滑, 面孔隙分布较少, 说明该处钙质砂颗粒经过破碎、沉积、海水作用及颗粒间相互作用变成小颗粒后, 破碎性减小, 表面达到比较光滑的状态; 对于大于  $0.5$  mm 小于  $1$  mm 的颗粒面孔隙度最大, 说明这个粒径内的颗粒内空隙暴露比较明显, 可以通过 SEM 拍照大致估算其内孔隙; 而对于粒径大于  $1$  mm 的颗粒其面孔隙度变化不大, 对于这个粒径的颗粒可以进行进一步处理 (比如切割断面) 以对其内孔隙进行全面分析。

(a)  $D < 0.25$  mm

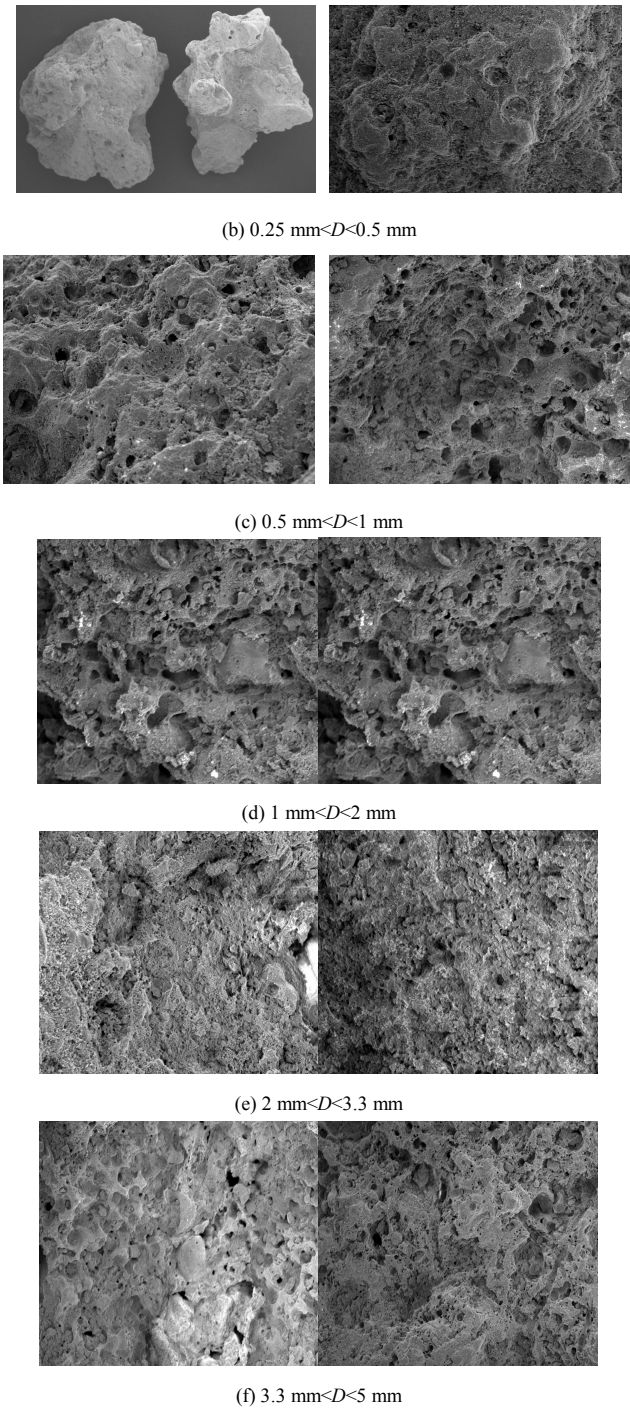


图 6 不同粒径钙质砂颗粒的 SEM 图

Fig. 6 SEM photos of different diameters

### 3.2 不同形状颗粒的试验结果

经过 SEM 扫描拍照观察，基本可以对该地区的钙质砂形状进行分类，大部分钙质砂颗粒都可以分为片状、块状和条状 3 种。其中小于 0.25 mm 的颗粒基本不能区分出形状，都可以分成块状；粒径在 0.25 和 0.5 mm 之间的颗粒可以分为块状和条状；其他各粒径组都可以通过目测被分成 3 种形状。

通过对同一粒径组不同形状颗粒的 SEM 图像分析，整理得到颗粒的面孔隙度，如图 7 所示。

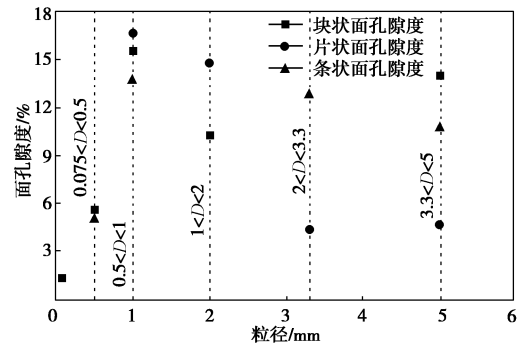
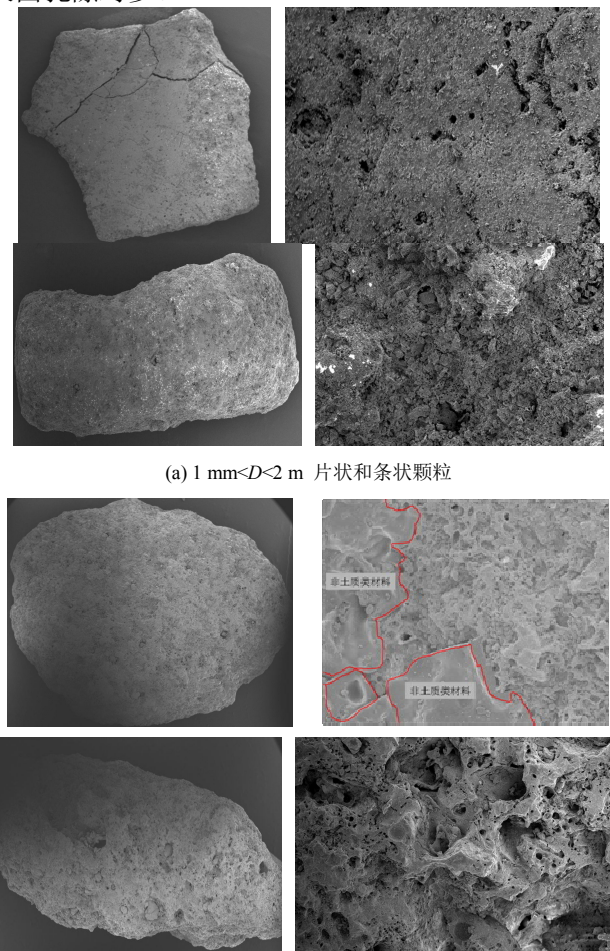


图 7 不同形状钙质砂颗粒面孔隙度

Fig. 7 Facet void ratios of different particle shapes

从图中可以看出在粒径小于 1 mm 的情况下，不同形状的面孔隙度差别并不明显，从这一点可以看出该处钙质砂颗粒质地较为均匀，原生的小颗粒或者由大颗粒破碎后产生的小颗粒相似性较高。在颗粒大于 1 mm 后不同形状的面孔隙度差别越来越大。

不同形状砂颗粒的 SEM 照片如图 8 所示。从图 7 可以看到，在大于 1 mm 的 3 个粒径组中，条状颗粒的面孔隙度基本是最大的，这是因为条状颗粒保留有原生生物形态，颗粒破碎不明显，原生孔洞丰富，故表面孔隙度对多。



(a) 1 mm < D < 2 m 片状和条状颗粒

(b) 3.3 mm < D < 5 mm 片状和条状颗粒

图 8 不同形状钙质砂颗粒的 SEM 图

Fig. 8 SEM photos of different shapes

从图 8 可以明显的看出。在大于 1 mm 粒径中片状颗粒的孔隙度明显要小于其他两种形状, 其原因可以从图 8 中找到, 如图所示, 片状结构致密, 表面光滑, 虽然易破碎但是内部孔隙并不多, 面孔隙度低。

## 4 结论与建议

通过电镜扫描 (SEM) 的方法对南海某建设地基处的钙质砂样本进行了扫描拍照, 通过对不同粒径和不同形状钙质砂颗粒的 SEM 图像做二值化处理, 分析了粒径和形状钙质颗粒中砂连通孔隙的分布规律, 所得结论如下:

(1) 对于不同粒径的钙质砂颗粒, 在粒径范围小于 1 mm 的情况下, 面孔隙度会随着粒径的增加而增大, 粒径在 0.5 mm 到 1 mm 之间的内孔隙暴露明显, 故其面孔隙度也相对较大; 粒径超过 1 mm 后, 面孔隙度减小, 建议对颗粒采取进一步处理 (如颗粒切割等) 后再对其进行孔隙分析。

(2) 对于不同形状的钙质砂颗粒, 在粒径小于 1 mm 的范围内, 不同形状颗粒的面孔隙度分布并没有明显差异; 粒径大于 1 mm 后, 条状颗粒由于保留原生微孔隙, 面孔隙度最大, 片状颗粒表面致密, 面孔隙度较小。

(3) 通过扫描电镜仅能对钙质砂颗粒表面的孔隙分布特性进行表征, 并不能反映钙质砂颗粒孔隙的全貌, 如何全面地分析研究钙质砂内孔隙的结构信息, 建立微观孔隙结构与宏观力学特性之间的关系, 还需要进一步的研究。

### 参考文献:

- [1] 刘崇权, 汪 稔. 钙质砂物理力学性质初探[J]. 岩土力学, 1998, **19**(1): 32 - 37. (LIU Chong-quan, WANG Ren. Preliminary research on physical and mechanical properties of calcareous sand[J]. Rock and Soil mechanics, 1998, **19**(1): 32 - 37. (in Chinese))
- [2] 吕海波, 汪 稔. 钙质土破碎原因的微观分析初探[J]. 岩石力学与工程学报, 2001, **20**(增刊 1): 890 - 892. (LÜ Hai-bo, WANG Ren. Preliminary microscopic analysis on factors of breakage in calcareous soil[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2001, **20**(S1): 890 - 892. (in Chinese))
- [3] 陈海洋. 钙质砂的内孔隙研究[D]. 武汉: 中国科学院武汉岩土力学研究所, 2005. (CHEN Hai-yang. Study of the inner pore in calcareous sand[D]. Wuhan: Institute of Rock & Soil Mechanics Chinese Academy of Science, 2005. (in Chinese))
- [4] 孙吉主, 黄明利, 汪 稔. 内孔隙与各向异性对钙质砂液化特性的影响[J]. 岩土力学, 2002, **23**(2): 166 - 169. (SUN Ji-zhu, HUANG Ming-li, WANG Ren. Influence of inner pore and anisotropy on liquefaction characteristics of calcareous sand[J]. Rock and Soil Mechanics, 2002, **23**(2): 166 - 169. (in Chinese))
- [5] ZHU C, WANG X, WANG R, et al. Experimental microscopic study of inner pores of calcareous sand[J]. Material Research Innovations, 2014, **18**(S2): 207 - 214.
- [6] 朱长歧, 陈海洋, 孟庆山, 等. 钙质砂颗粒内孔隙的结构特征分析[J]. 岩土力学, 2014, **35**(7): 1831 - 1836. (ZHU Chang-qi, CHEN Hai-yang, MENG Qing-shan, et al. Microscopic characterization of intra-pore structures of calcareous sands[J]. Rock and Soil mechanics, 2014, **35**(7):1831-1836)
- [7] 杨 峰, 宁正福, 孔德涛, 等. 高压压汞法和氮气吸附法分析页岩孔隙结构[J]. 天然气地球科学, 2013, **24**(3): 450 - 455. (YANG Feng, NING Zheng-fu, KONG De-tao, et al. Pore structure of shales from high pressure mercury injection and nitrogen adsorption method[J]. Natural Gas Geoscience, 2013, **24**(3): 450 - 455. (in Chinese))
- [8] 张先伟, 孔令伟. 利用扫描电镜、压汞法、氮气吸附法评价近海黏土孔隙特征[J]. 岩土力学, 2013, **34**(增刊 2): 134 - 142. (ZHANG Xian-wei, KONG Ling-wei. Study of pore characteristics of offshore clay by SEM and MIP and NA methods[J]. Rock and Soil Mechanics, 2013, **34**(S2): 134 - 142. (in Chinese))
- [9] 熊承仁, 唐辉明, 刘宝琛, 等. 利用 SEM 照片获取土的孔隙结构参数[J]. 地球科学: 中国地质大学学报, 2007, **32**(3): 415 - 419. (XIONG Cheng-ren, TANG Hui-ming, LIU Bao-chen, et al. Using SEM photos to gain the pore structural parameters of soil samples[J]. Earth Science- Journal of China University of Geosciences, 2007, **32**(3): 415 - 419. (in Chinese))
- [10] 李德成, VELDE B, DELERUE J F, 等. 孔隙结构图像分析中不同试验因素对分析结果的影响[J]. 土壤学报, 2002, **39**(1): 52 - 57. (LI De-cheng, VELDE B, DELERUE J F, et al. Influence of experimental factors on analysis of pore structure using images of soil sections[J]. Acta Pedologica Sinica, 2002, **39**(1): 52 - 57. (in Chinese))

(本文责编 胡海霞)