

НАУЧНО-ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР «ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ЦЕНТР НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ» Казанского национального
исследовательского технологического университета

и

НАУЧНО-ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР «ПОИСКОВ, РАЗВЕДКИ И
РАЗРАБОТКИ МЕСТОРОЖДЕНИЙ УГЛЕВОДОРОДОВ» Московского
государственного университета им. М.В. Ломоносова

ПЕРВАЯ ВСЕРОССИЙСКАЯ НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
«ПРАКТИЧЕСКАЯ МИКРОТОМОГРАФИЯ»

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ КОНФЕРЕНЦИИ

Под редакцией _____

КАЗАНЬ 2013

1. ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ КОНФЕРЕНЦИИ

1.1. Рентгеновская микроскопия и микротомография - история и развитие

Сенин Роман Алексеевич

НИЦ «Курчатовский институт»

История использования рентгеновского излучения для получения изображений началась с момента открытия рентгеновских лучей [1]. Известно, что Вильгельм Рентген подарил своей супруге на день рождения снимок ее руки. Этот подарок произвел на нее огромное впечатление и навсегда избавил Рентгена от посещений супругой его лаборатории.

В первые десятилетия 20-го века рентгеновское излучение широко вошло в медицинскую практику, исследовались свойства этого излучения, делались попытки определить показатель преломления. Две нобелевские премии – 1914 и 1915 г. – были получены Лауэ и Брэггами за открытие дифракции рентгеновских лучей на кристаллах при прохождении и отражении [2, 3]. Однако рентгеновская микроскопия в этот период зародиться еще не успела.

Развитие рентгеновской микроскопии началось после Второй мировой войны. Работавшие в Стэнфорде Пол Киркпатрик и Альберт Баез предложили в 1948 г. оптическую схему в виде двух скрещенных цилиндрических поверхностей [4]. Этот момент, возможно, и следует считать точкой рождения рентгеновской микроскопии.

В последующие годы были предложены методики контактной микроскопии (образец помещался на кассету с фотопластиной) и проекционной микроскопии с малым источником [5]. В 1960 г. Баез также предложил использовать в качестве рентгенооптического элемента зонную пластинку Френеля [6]. В те же годы были проведены первые

международные конференции по рентгеновской микроскопии и микроанализу [7, 8, 9]. В те годы отметились на этом пути и наши соотечественники [10].

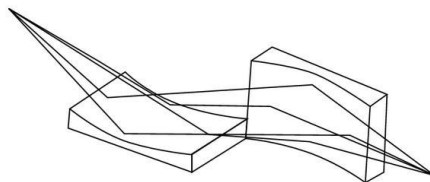


Рис.1.1.1. Схема микроскопа Киркпатрика-Баеза

Дальнейший прогресс и интерес к рентгеновской микроскопии в значительной степени был связан с появлением нового типа источников – синхротронных.

В конце семидесятых - начале восьмидесятых возникло значительное число групп, занимающихся рентгеновской микроскопией. Этими группами было построено существенное количество лабораторных и синхротронных микроскопов [11, 12, 13, 14, 15], как изображающих, так и сканирующих.

В восьмидесятые годы, начиная с конференции в Геттингене в 1983 г, были возрождены конференции по микроскопии – XRM [16, 17]. Сначала эти конференции проходили каждые три года, а с 2008 г. они стали проводиться каждые два года. Одна из этих конференций – 4-я конференция 1993 г. проходила в России, в г. Черноголовка [18].

Развитие оптики и источников в 80-е - 90-е годы привело к пониманию, что важнейшим ограничивающим фактором при получении изображений как в мягком, так и жестком диапазоне, является поглощенная в образце доза, и это вызвало разработку фазоконтрастных методов. Хороший обзор состояния дел в рентгеновской микроскопии начала девяностых годов проведен в работе J.Kirz, C.Jacobsen [19]. Наличие с одной стороны, техники медицинской и промышленной томографии, а с другой стороны, развитых методов рентгеновской микроскопии, привело к появлению первых рентгеновских микротомографов [20].

К началу нового тысячелетия рентгеновская микроскопия превратилась в широко распространенную методику, станции рентгеновской микроскопии были построены на большинстве синхротронов - ALS, APS, ESRF, ELETTRA, NSRRC, Spring-8 и других.

Возникли коммерческие компании, производящие готовые установки для рентгеновской микротомографии и микроскопии [21, 22].

Прогресс развития рентгенооптических элементов был наглядно продемонстрирован К. Якобсеном [23] как аналогия закона Мура в приложении к рентгеновской оптике (рис. 1.1.2).

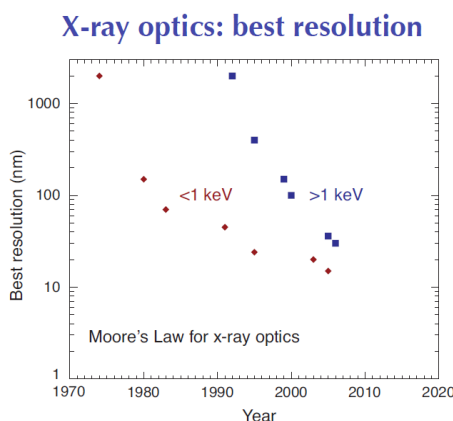


Рис. 1.1.2. Прогресс развития рентгеновских элементов К. Якобсона

Следует также упомянуть, что в 90-е годы были впервые реализованы рентгеновские преломляющие линзы, аналогичные линзам видимого диапазона [24].

Развитие изображающих методик шло не только в направлении роста разрешения, но также совершенствовались методы подготовки образцов и повышения контраста.

Следует упомянуть криомикроскопию и криотомографию, использующие низкие температуры повышения стабильности и радиационной стойкости образцов. Исследуя глубоко замороженные образы К.Ларабелл удалось впервые получить 3D изображения клеток с разрешением около 50 нм [25].

Другим чрезвычайно важным направлением стало развитие методик визуализации не поглощения, а фазового набега – так называемые методы фазового контраста.

Исторически развивались методы визуализации первой производной фазового набега [26, 27] по координате, второй производной [28], интерферометрические методы визуализации фазового сдвига [29, 30]. В последние годы популярно создание решеточных интерферометров на эффекте Тальбо [31, 32].

Были также реализованы методы фазового контраста Цернике в полнополевых [33], и сканирующих схемах [34, 35]. Интересная методика - птихография (ptychography) была предложена для численной реконструкции фазы по данным малоуглового рассеяния [36].

Существенный интерес исследователей вызывала также флуоресцентная визуализация распределения химических элементов. Первые такие микроскопы строились по сканирующим схемам [37], а в последние годы были предложены также лабораторные микротомографы визуализации флуоресценции из полного поля зрения [38].

Для практических применений весьма важным может быть скоростное получение томограмм. Томография, в которой формирование полного набора изображений происходит за времена порядка одной секунды выполняется уже несколькими группами исследователей на синхротронах [39, 40].

Нельзя обойти стороной и реконструкцию изображений из дифрактограмм – CDI – Coherent diffraction imaging. Идея метода была предложена Сейером [41], в настоящее время метод активно развивается различными группами на рентгеновских лазерах [42, 43]. CDI позволяет численными методами восстановить изображение объекта по его дифракционной картине, и, таким образом, открывает путь к визуализации даже столь малых объектов, как отдельные молекулярные кластеры и макромолекулы.

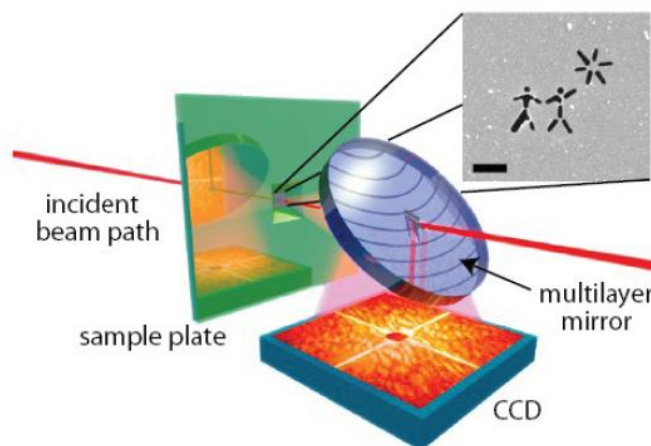


Рис. 1.1.3. Схема получения изображений методом CDI. (H. Chapman et al., Nature Physics)

Побудительным мотивом к созданию данной обзорной исторической работы автор считает доклад Я. Кирца на конференции XRM2008 [44].

В завершении работы автор хочет выразить свою глубочайшую признательность своему руководителю, В.Е.Асадчикову, ИК РАН, пригласившего автора работать в области рентгеновской микроскопии и микротомографии, и направлявшего на протяжении почти десяти лет.

Литература:

- [1] Röntgen W C 1895 Sitzungsberichte der Würzburger Physik-medical Gesellschaft 137 41
- [2] http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1914/
- [3] http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1915/
- [4] Kirkpatrick P and Baez A V 1948 Journal of the Optical Society of America 38 766–774
- [5] Cosslett V E and Nixon W C 1960 X-ray Microscopy (London: Cambridge University Press)
- [6] Baez, A. V.. Self-supporting metal Fresnel zone-plate to focus extreme ultra-violet and soft X-rays.
Nature, (1960) 186, 958.

- [7] Cosslett V E, Engström A and Pattee Jr H H (eds) 1957 International Symposium on X-ray Optics and X-ray Microanalysis (New York: Academic Press) Cavendish Laboratory, Cambridge, 1956
- [8] Engström A, Cosslett V E and Pattee Jr H H (eds) 1960 X-ray Microscopy and X-ray Microanalysis (Amsterdam: Elsevier) Stockholm, 1959
- [9] Pattee Jr H H, Cosslett V E and Engström A (eds) 1963 X-ray Optics and X-ray Microanalysis (New York: Academic Press) Stanford, 1962
- [10] О.П. Братов, Н.В. Денисов, И.П. Жижин, Н.И. Комяк, В.Г. Лютцау и др., Рентгеновский теневой микроскоп МИР-1. Аппаратура и методы рентгеновского анализа, Вып.4, 1969, с. 3-13.
- [11] Aoki S and Kikuta S 1974 Japanese Journal of Applied Physics 13 1385–1392
- [12] Niemann B, Rudolph D and Schmahl G 1974 Optics Communications 12 160–163
- [13] Rarback H, Kenney J, Kirz J and Xie X S 1980 in Ash [103] pp 449–456
- [14] Morrison G R, Bridgwater S, Browne M T, Burge R E, Cave R C, Charalambous P S, Foster G F, Hare A R, Michette A G, Morris D, Taguchi T and Duke P 1989 Rev of Sci Instruments 60 2464-2467
- [15] Schmahl G and Rudolph D (eds) 1984 X-ray Microscopy (Springer Series in Optical Sciences vol 43) (Berlin: Springer-Verlag)
- [16] Шмаль Г., Рудольф Д. Рентгеновская оптика и микроскопия: Пер. с англ. М.: Мир, 1987. 463 с.
- [17] Aristov V V and Erko A I (eds) 1994 X-ray Microscopy IV Proceedings of the 4th International Conference, Chernogolovka, Russia, September 20–24, 1993 (Chernogolovka, Russia: Bogorodskii Pechatnik) ISBN 5-900846-01-6
- [18] Kirz J, Jacobsen C, and Howells M, Q. Rev. Biophys. 28, pp. 33-130 (1995)

[19] A. Zolfaghari and P. Trebbia. 3D reconstruction in conical geometry from data obtained with an x-ray microtomograph. pp. 438-449. Proceedings of the 4th International Conference, Chernogolovka, Russia, September 20-24, 1993.

[20] www.skyscan.be

[21] www.xradia.com

[22] <http://xray1.physics.sunysb.edu/~jacobsen/hercules/>

[23] A.Snigirev, B.Filseth, P.Elleaume Th Klocke, V.Kohn, B.Lengeler, I.Snigireva, A.Souvorov, J.Tümmeler. Refractive lenses for high energy X-ray focusing, Proc. SPIE, vol. 3151, pp. 164-170, (1998).

[24] Meyer-Ilse W., Hamamoto, D., Nair,A., Lelievre S.A., Denbeaux, G., Johnson, L., Pearson,A.L., Yager D., LeGros, M.A., and Larabell, C.A. (2001). High resolution protein localization using soft X-ray microscopy. J. Microscopy. 201, 395-403

[25] К.М.Подурец, В.А.Соменков, С.Ш.Шильштейн ЖТФ 1989, 58, №6, с.115-121.

[26] V. N. Ingal and E. A. Beliaevskaya, “X-ray plane-wavetopography observation of the phase contrast from a non-crystalline object,” J. Phys. D28, pp. 2314–2317 (1995)

[27] P. Cloetens, W. Ludwig, J. Baruchel, D. V. Dyck, J. V. Landuyt, J. P. Guigay, and M. Schlenker. Holotomography: Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x rays, Appl.Phys. Lett.75, pp. 2912–2914 (1999)

[28] U. Bonse and M. Hart, “An X-ray interferometer,” Appl. Phys. Lett. 6, 155-156 (1965)

[29] A. Momose, T. Takeda, Y. Itai, A. Yoneyama and K. Hirano. Phase-Contrast Tomographic Imaging Using an X-ray Interferometer. J. Synchrotron Rad. (1998). 5, 309-314

[30] Y Takeda, W Yashiro, T Hattori, A Takeuchi, Y Suzuki and A Momose. Differential Phase X-ray Imaging Microscopy with X-ray Talbot Interferometer. Applied Physics Express 1 (2008) 117002

- [31] T. Weitkamp, A. Diaz, C. David, F. Pfeiffer, M. Stampanoni, P. Cloetens, and E. Ziegler. X-ray phase imaging with a grating interferometer *Optics Express*, Vol. 13, Issue 16, pp. 6296-6304 (2005)
- [32] B. Niemann, D. Rudolph, G. Schmahl, M. Diehl, J. Thieme, W. Meyer-Ilse, W. Neff, R. Holz, R. Lebert, F. Richter, and G. Herziger. An x-ray microscope with a plasma x-ray source. *Optik*, V 84, pp. 35-36, (1990).
- [33] Feser M, Hornberger B, Jacobsen C, , De Geronimo G, Rehak P, Holl P, Strüder L. Integrating Silicon detector with segmentation for scanning transmission X-ray microscopy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 565 (2006) 841–854
- [34] De Jonge M, Vogt S, Legnini D, McNulty I, Rau C, Paterson D, Hornberger B, Holzner C and Jacobsen C. A method for phase reconstruction from measurements obtained using a configured detector with a scanning transmission X-ray microscope *Nucl Instrum Methods Phys Res A*. 2007 November 11; Vol 582(1): 218–220. doi:10.1016
- [35] Dierolf M, Menzel A, Thibault P, Schneider Ph, Kewish C.M , Wepf R, Bunk O and Pfeiffer F. Ptychographic X-ray computed tomography at the nanoscale. *Nature*, Vol 467, 2010, pp 436-440.
- [36] Ade H, Zhang X, Cameron S., Costello C, Kirz J, Williams S. Chemical contrast in X-ray Microscopy and spatially resolved XANES spectroscopy of organic specimens, *Science* 258, pp.972-975 (1992)
- [37] P. Bruyndonckx, A. Sasov, and X. Liu. Laboratory 3D Micro-XRF/Micro-CT Imaging System The 10th International Conference on X-ray Microscopy. *AIP Conf. Proc.* 1365, pp 61-64 (2011); doi: 10.1063/1.3625304
- [38] R. Mokso, F. Marone, D. Haberthür, J.C. Schittny, G. Mikuljan, A. Isenegger and M. Stampanoni. Following Dynamic Processes by X-ray Tomographic Microscopy with Sub-second Temporal Resolution The 10th International Conference on X-ray Microscopy. *AIP Conf. Proc.* 1365, pp 38-41 (2011); doi: 10.1063/1.3625299

[39] A. Rack, F. Garcia-Moreno, T. Baumbach, J. Banhart. Synchrotron-based radioscopy employing spatio-temporal micro-resolution for studying fast phenomena in liquid metal foams. *Journal of Synchrotron Radiation* vol. 16, part 3, pp 432-434 (2009)

[40] J. Miao, P. Charalambous, J. Kirz and D. Sayre. Extending the methodology of X-ray crystallography to allow imaging of micrometre-sized non-crystalline specimens. *Nature* 400, pp. 342-344 (22 July 1999) / doi:10.1038/22498

[41] I. Robinson, I. Vartanians, G. Williams, et al., *PRL* (2001) 87, p.195505

[42] H. Chapman et al., *Nature Physics*, vol 2, p.839 (2006)

[43] Kirz J, Jacobsen C. The History and Future of X-ray Microscopy 9th International Conference on X-Ray Microscopy IOP Publishing *Journal of Physics: Conference Series* **186** (2009) pp 012001-12011 doi:10.1088/1742-6596/186/1/012001

[44] Horowitz P and Howell J A 1972 *Science* 178 608–611

Сенин Роман Алексеевич. НИЦ «Курчатовский институт», и.о. нач. отдела синхротронных исследований. Тел.: +7(499)196-74-60, e-mail: senin.ra@gmail.com

1.2. Современная рентгеновская микротомография геоматериалов

Якушина О.А.¹, Ожогина Е.Г.², Хозяинов М.С.¹

¹Международный университет природы общества и человека «Дубна»

²ФГУП «ВИМС» им. Н.М.Федоровского

Для воспроизводства МСБ, достоверной оценки запасов, обоснования оптимального режима освоения месторождений, разработки инновационных технологий переработки необходимо всестороннее изучение вещественного состава и морфоструктурных параметров природного и техногенного сырья в целях получения наиболее полной и достоверной информации о

минеральном составе, который определяет качество сырья, особенности поведения минеральных фаз в технологических процессах. Важно иметь технологии, позволяющие оперативно, экономично проводить прогнозную оценку качества сырья.

Перспективный метод лабораторного анализа – рентгеновская микротомография (РТ), ядерно-физический метод, известный как метод интроскопии, дефектоскопии для изучения внутреннего объема объекта без разрушения. РТ сочетает недеструктивность, простоту процедуры анализа и оперативность исследований с высокой информативностью получаемых данных, минимизирует влияние человеческого фактора на результаты. Исследование проводится без пробоподготовки, при естественном состоянии слагающих фаз, не нарушая исходного расположения индивидов, что повышает достоверность и информативность определяемых характеристик. Присутствие минералов с близкими оптическими характеристиками, тонкодисперсных или слабо окристаллизованных, «рентгеноаморфных» фаз не является ограничением для РТ анализа, который является не столь дорогостоящим и трудоемким по сравнению с прецизионными физическими методами – микрорентгеноспектральным (микронзондовым) анализом и электронной микроскопией. Принимая во внимание, что сегодня в переработку вовлекаются новые типы сырья, ранее считавшиеся неперспективными – то возникают определенные трудности при исследовании особенностей их минерального состава из-за сложности полиминерального состава изучаемых объектов, наличия в них тонкодисперсных и аморфных агрегатов, неоднородности зерен промышленно ценных минералов, близости физических свойств рудообразующих минералов. Однако большинство современных производственных лабораторий при изучении вещественного состава пользуются в основном стандартным набором методов: оптико-минералогический, рентгенографический и фазовый элементный (химический), то практическое применение метода РТ может существенно

повысить оперативность и эффективность исследования геоматериалов. Работы по применению рентгеновской микротомографии как инструмента исследований горных пород и руд было предложено и начато под руководством проф., д.т.н. М.С. Хозяинова в начале 1990-х гг. [Хозяинов, Вайнберг 1992].

Задача РТ исследования *минерального* вещества для получения генетической и технологической информации – данные о *морфоструктурных* характеристиках (в т.ч. количественных), т.е. текстурно-структурных и фазовом (минеральном) составе. Поэтому надо было определить меру и способ при РТ исследовании геообъектов. Подчеркнем *различие* промышленных (1,РТ) и медицинских (2,КТ) рентгеновских томографов и методик томографии. Исследуются принципиально различные по способности ослабления рентгеновских лучей вещества: металлы, сплавы, композиты и биологические ткани. Это:

- Разные диапазоны рабочих энергий, соответственно, и разные эффекты взаимодействия с веществом: 1) 200-500 кэВ до МэВ и Комптон-эффект, 2) от 17 до 100 кэВ при основном 20-25 кэВ и фотоэффект.

- Технические решения геометрии сканирования: 1) вращается исследуемый объект, 2) он неподвижен.

- Разные режимы 1) импульсный и 2) непрерывный; дозы облучения и рабочие площади сканирования.

Отличаются *задачи* исследования. В медицине, КТ живых организмов и биологических тканей, томограммы анатомических структур (органов) анализируются на предмет наличия/отсутствия патологии. Доза облучения живого организма должна быть минимальной. Биологические ткани (мышцы, кровь, кости), в значительной степени (до 60%), состоят из связанной воды и слабо поглощают рентгеновские лучи. В биологическую ткань технически просто вводить рентгеноконтрастные вещества–маркеры В КТ медицинского и биологического назначения используется шкала денситометрических показателей «Шкала единиц Хаунсфилда» (HU) – рентгеновской плотности

биологических тканей по отношению к дистиллированной воде, принятой за 0 НУ при ст. условиях. *Справочно:* для энергии 100 кэВ, $I=100$ мА для крови, мышечной ткани и костной ткани μ , составляет 0,178, 0,180 и 0,48 см⁻¹ (μ воздуха=0), лишь μ некоторых минералов близко μ костной ткани: 0,44 кварц, 0,53 кальцит, как правило, значительно выше – 0,63 флюорита, у рудных минералов ~1,5 - сульфиды (пирит, сфалерит) и оксиды (магнетит), 6,1 барит; у металлов 2,91 железо, 11,7 олово, 14,9 серебро, 62,6 свинец, 98,6 золото.

Экспериментальные исследования геообъектов проведены нами на отечественном рентгеновском микротомографе ВТ-50-1 «Геотом» (Проминтро, Россия), изготовленном специально для решения геологических задач: средняя энергия нефильтрированного излучения ~100 кэВ, достаточная для просвечивания минеральных объектов, обеспечивается преобладание фотоэффекта при взаимодействии гамма-квантов с веществом, когда величина ЛКО зависит от атомного номера элемента, т.е. состава вещества. Прибор соответствует российским регламентирующим документов по аппаратуре неразрушающего контроля и международному стандарту ASTM E1441-11.

Условия съемки на ВТ-50-1 «Геотом»: микрофокусный рентгеновский источник РЕИС-150М, оснащенный электростатической и магнитной системами фокусировки электронного пучка; воздушное охлаждение мишени, рабочее напряжение рентгеновской трубки $U=100$ кВ, ток накала $I=2,9$ А; блок детекторов 8 измерительных каналов со сцинтилляторами CsJ(Na), веерная геометрия сканирования, шаг сканирования 3 мкм. Конструкция ВТ-50-1 «Геотом» позволяет изучать объекты диаметром до 1,5 см и высотой до 5-7 см; 4 режима работы по детализации (увеличении) исследуемого слоя. Время сканирования с обработкой данных 5-10 минут. Предел пространственного разрешения 5 мкм (линейные неоднородности); чувствительность к изменению величины ЛКО 1%. Реализована возможность исследования локальных зон и коррекции немонотонности спектра излучения. Изображения формируются 512x512 элементами, это

обеспечивает диапазон значений томограммы в шкале условных единиц от - 32767 до 32768 в десятичной системе счисления.

Известно, что величина линейного коэффициента ослабления рентгеновского излучения (ЛКО) μ см⁻¹ определяется химическим составом и плотностью вещества для данной энергии γ -излучения:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho, \quad (1)$$

где μ_m - массовый коэффициент ослабления гамма-излучения рассматриваемого вещества при той же энергии, см²/г; ρ - плотность вещества, г/см³. Для вещества энергии сложным химическим составом величина μ_m определяется соотношением:

$$\mu_m = \sum_i p_i \mu_{mi},$$

(2)

где p_i - относительное весовое содержание i -го компонента с массовым коэффициентом ослабления μ_{mi}

Предложено проводить идентификацию элементов микронеоднородности (минеральных фаз) путем сопоставления отношений амплитуд ЛКО (α_x), установленных на томограмме (эксперимент) для фазы и образца сравнения (как правило, Al, плотность которого наиболее близка к плотности силикатов и алюмосиликатов, основных минералов, составляющих земную кору) - с теоретически рассчитанными для них отношениями эффективных величин ЛКО (α_t):

$$\alpha = \mu_{эфф}^x / \mu_{эфф}^{oc}, \quad (3)$$

Именно этот методический прием позволяет проводить автоматическую идентификацию фаз и отличает представленную работу от известных. Он позволяет сопоставлять измерения, проведенные при разных режимах съемки, для идентифицируемых фаз разных размеров, при меняющемся вещественном (минеральном) составе вмещающей среды (горной породы, минерального агрегата) – «геологическом фоне» образцов. Расчет осуществляется в предположении, что химический состав и плотность

идентифицируемой фазы известны. Близость отношений измеренных амплитуд и рассчитанных величин ЛКО для идентифицируемой фазы и образца сравнения с большой степенью вероятности будет свидетельствовать о правильности предположения относительно минерального состава диагностируемых фаз изучаемого объекта. Известные данные о морфологии минеральных образований, их размерах, кристаллографических формах, а также другая априорная информация позволяют повысить надежность идентификации фаз и морфоструктурных особенностей геообъекта.

Методом РТ были исследованы разные виды природного и техногенного минерального сырья – минералы, их агрегаты, руды черных и легирующих металлов, океанические руды, ископаемые угли, алмазоносные породы и алмазы, шунгитовые породы, техногенное сырье (металлургические шлаки, окатыши), органогенные минералы, уникальные объекты (лунный грунт, метеориты, коллекционные образцы) и др. Проведены исследования, показавшие возможность применения томографа как средства признаков разделения для экспрессной разбраковки рудосодержащих кусков от пустой породы – разделения рудного и нерудного материала в процессе обогащения минерального сырья.

По результатам исследований разработана схема РТ анализа: проводится в три этапа (рис. 1.2.1): 1). Просвечивающая рентгенографическая съемка объекта как предварительный анализ для выявления наличия сильнопоглощающих фаз и выбора представительных участков для сечений томограмм. 2). Съемка томограммы по выбранному сечению. 3). Расчет экспериментальных и теоретических значений ЛКО. Выделяют элементы микронеоднородности (минеральные фазы, пустоты, трещины), определяют диапазоны значений ЛКО. Проводят идентификацию выделенных элементов, морфоструктурное исследование - морфология, гранулярный состав, содержание фаз путем линейного и площадного анализов изображений томограмм на основе построения гистограмм частотного распределения амплитуды ЛКО.

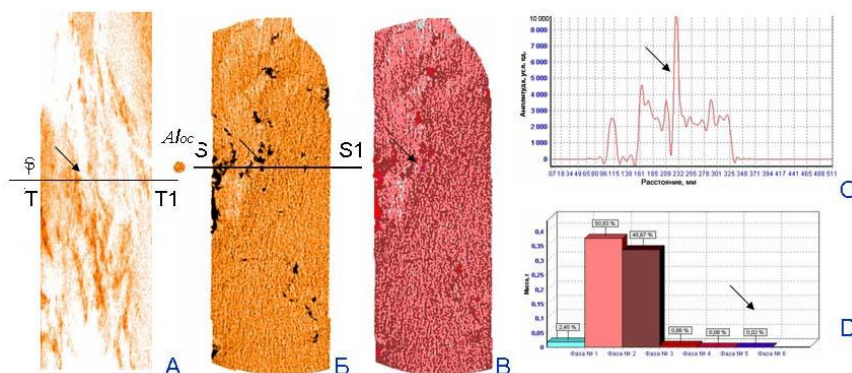


Рис. 1.2.1. РТ-анализ: А – рентгенограмма, Б – томограмма по сечению Т–Т1 (ОС – Аl), В – обработка по «TomAnalysis», С – профиль ЛКО по линии S – S1, D – гистограмма % соотношения фаз.

Приведем пример РТ исследования карбонатных марганцевых руд Усинского месторождения вулканогенно-осадочного генезиса, в руда такого генезиса обычно содержится значительное количество силикатов марганца. Руды представлены родохрозитовым и манганокальцитовым типами с различными слоистыми текстурами, обусловленными чередованием прослоев карбонатного материала. Действительно, в рудах Усинского месторождения содержание силикатов марганца, по данным рентгенографического анализа, достигает 20%, присутствие которых ухудшает качество руды, что и являлось проблемой при разработке технологической схемы переработки этих руд. Данные РТ позволили решить вопрос о характере распределения силикатов марганца силикаты марганца тефроита и пироксмангита, которые были вкрапленными в главных рудных минералах – родохрозите и манганокальците (рис. 1.2.2), а также разделить родохрозит и манганокальцит. Это имело принципиально важное значение, т. к. методами световой оптики не всегда удастся различить эти минералы ввиду близости их оптических констант.

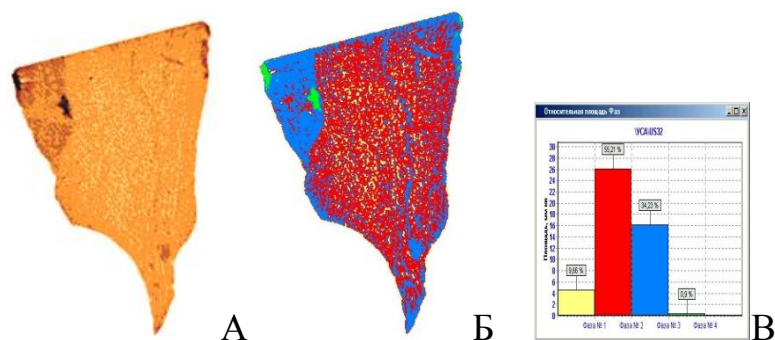


Рис. 1.2.2. Руда Усинского месторождения: силикаты марганца – желтое, родохрозит-I – синее, родохрозит-II и манганокальцит – красное, оксиды марганца – зеленое; морфометрия родохрозита-I.

Таблица 1.2.1

Рентгеновская микротомография карбонатных марганцевых руд Усинского месторождения

Кл. кр., мм	Выделяемые фазы и их α , (Al-ос)								
-15 ÷ +10	0,60-0,76	1,10-1,25	1,41-1,45	1,78-1,92	2,11-1,30	2,35-2,44	2,80-2,87	3,02-3,06	
-10 ÷ +6	0,96-1,03	1,14-1,28	1,34-1,44	1,76-1,81	2,16-2,22	2,30-2,49	2,62-3,00	3,07; -4,72	5,7-10,8
-3,2 ÷ +1				1,62; 1,8-1,97	2,03-2,22		3,11	3,30-3,54	
Минералы	Слоистые Al—Si	кальцит, Mnкальцит	мангано-кальцит-1	мангано-кальцит-2	родохрозит III генерации	родохрозит II генерации	родохрозит I генерации	Оксиды, и гидроксиды Mn	

Кл. кру- 1мм	Мин., мкм	Макс., мкм	Сред., мкм
Площадь	900	8140	1372
Длина	30	110	28
Ширина	30	74	49
Периметр	120	16500	2744
Удлинение	1	3,2	1,54
Фактор формы	0,46	0,89	0,73
Компактность	0,27	1	0,76
Масса, г/см ³	3,15	3,68	3,32

Железомарганцевые конкреции имеют очень сложный полиминеральный состав, текстурно-структурное строение, представляя собой тонкодисперсное срастание гидроксидов и оксидов железа и марганца как между собой, так и с порообразующими (нерудными) минералами. Среди рудообразующих минералов часто преобладают структурно неупорядоченные и рентгеноаморфные минералы которые выделяются РТ; присутствуют различные формы нахождения цветных и редких металлов,

весьма незначительным содержанием собственных минеральных фаз, (рис. 1.2.3).

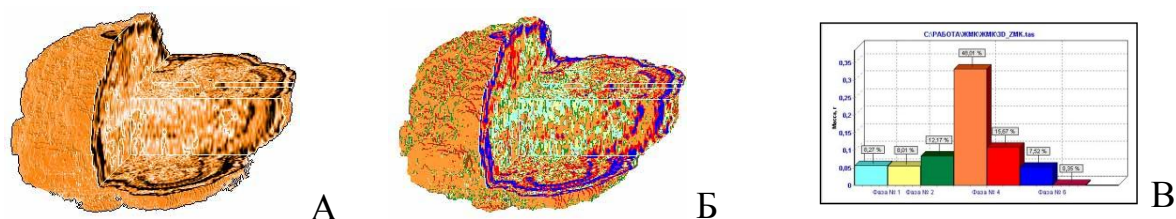


Рис. 1.2.3. Железомарганцевая конкреция, А – 3D-томограмма, Б – обработка по «TomAnalysis» и В – гистограмма % соотношения фаз: голубое, желтое, зеленое – породообразующие минералы, оранжевое – гидроксиды железа и марганца, красное, синее, малиновое – оксиды железа и марганца.

Исследования микроструктуры и состава нефтегазоносных пород методом РТ: позволяет, в том числе для оценки размеров крупных пор и каверн, ориентации трещин, на томограммах образцов керна водонасыщенного известняка (Волго-Уральская НГ провинция, рис. 1.2.4-1) и сухого крупнозернистого песчаника (Крым, рис. 1.2.4-2) фиксируется структура пустотного пространства пород. Известковая порода достаточно однородна, ее пустотное пространство представлено вторичной пористостью в виде заполненных и незаполненных изолированных и связанных между собой микрокаверн и трещин, имеющих поперечные размеры несколько десятков мкм и более. Песчаник проявляет явно выраженную зернистость и обладает существенно более высокими фильтрационно-емкостными свойствами, пустотное пространство порового типа с размерами открытых пор единицы-десятки мкм, доля микрокаверн в общем объеме пустот невелика. Установлены сильнопоглощающие индивиды размером в десятки мкм – по значениям ЛКО (α_3/Al) это сульфиды и металлические включения (железо), что было подтверждено традиционным минералогическим анализом. Анализ серии томограмм позволяет установить закономерность их распределения – линейно протяженные, вдоль разуплотненных зон, ориентированы по трещиноватости. Разрешение томограмм можно повысить насыщением керна рентгеноконтрастной по отношению к нефти и породе жидкостью.

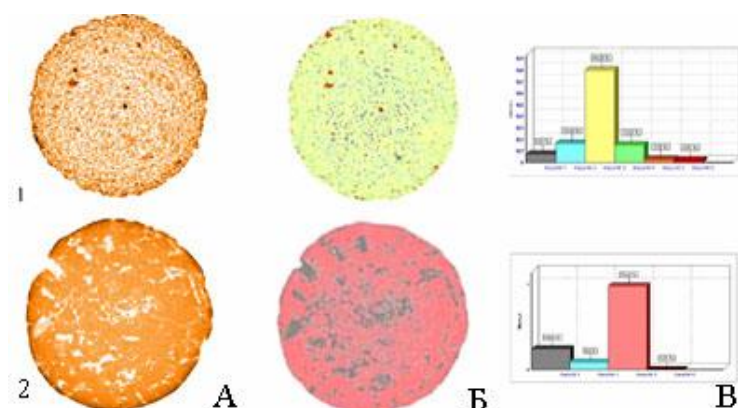


Рис. 1.2.4. Томограммы керна нефтеносных пород: 1 –песчаника, 2– известняка: поры, микротрещины – серое, слоистые алюмосиликаты (глины), опал– голубое, кварц – желтое, полевые шпаты – зеленое, карбонаты – лососевое, гидроксиды (железа) – оранжевое, сульфиды – красное (пирит), синее.

Таблица 1.2.2

Рентгеновская микротомография керна нефтеносных пород (пример)

Порода	Выделяемые фазы и их $\alpha_{\text{ср}}$ (Al-ос)								
Песчаник	<0,35		0,7-0,9	1,10-1,25		1,78-2,2	2,35-2,44	3,9-4,2	4,4
известняк	<0,30	0,60-0,76	0,9-1,0		1,20-1,35; 1,41-1,45				
цвет рис.	Серое	голубое	желтое	зеленое	Лососевое	Оранжевое	Синее	красное	
минералы	Поры	алюмо- силикаты	кварц	полевые шпаты	Карбонаты	гидро- кисиды	оксиды железа	пирит	сульфи ды

По результатам исследований разработан и утвержден ряд отраслевых Методических рекомендаций НСОММИ: №130 «Исследование фазовой и структурно-текстурной микронеоднородности объектов методом рентгеновской микротомографии», №145 «Диагностика жемчуга и его имитаций методом РТ», №146 «РТ анализ карбонатных марганцевых руд», №159 «Прогнозная оценка обогатимости углей минералогическими методами (оптическая микроскопия и РТ)», а также в составе МР НСАМ, НСОММИ. № 103 «Выбор рационального комплекса аналитических и минералогических методов при изучении вещественного состава железомарганцевых конкреций (ЖМК), кобальтоносных марганцевых корок (КМК), глубоководных полиметаллических сульфидов (ГПС) при проведении ГРР».

Выводы: Совокупность технических возможностей и используемых алгоритмов обработки данных позволяет исследовать геообъекты с разным диапазоном рентгеноконтрастности составляющих фаз, визуализировать результаты в интерактивном режиме, получать данные о фазовом составе и морфоструктурных характеристиках, отбирать информативные образцы для дальнейших прецизионных анализов, сокращая сроки и объемы лабораторных работ, уменьшая этим общие затраты на исследования. Проведенные исследования показали, что РТ-анализ уже на ранних этапах лабораторных работ позволяет получить данные о фазовой неоднородности и особенностях строения минерального вещества, характер распределения фаз и их количественное соотношение. Включение РТ в комплекс физических методов исследования позволяет существенно повысить эффективность минералогического обеспечения поисково-разведочных работ, оценки качества сырья и разработки технологических схем его переработки, в соответствии с требованиями рационального природопользования и обеспечения экологического благополучия среды обитания человека.

Литература:

1. Нормативно-методическая документация по аналитическим, минералогическим и технологическим исследованиям // Справочник. Издание третье, дополненное / М.: Федеральный научно-методический центр лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС», 2008.- 152 с.; дополнения 2012 г. М.: «ВИМС». 2012. - 10 с.
2. Хозяинов М.С., Вайнберг Э.И. Вычислительная микротомография – новая информационная технология неразрушающего исследования внутренней микроструктуры образцов геологических пород // Геоинформатика, 1992. №1. С. 42-50.
3. Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С. Рентгеновская вычислительная микротомография - неразрушающий метод структурного и фазового анализа // Мир измерений. 2003. № 10(32). С. 12-17.

Якушина Ольга Александровна, Международный университет природы, общества и человека «Дубна», доцент, к.г.-м.н. Тел.: 8-916-770-28-30, e-mail: yak_oa@mail.ru

1.3. Промышленная микротомография как метод документирования уникальных природных и музейных объектов

Стаценко Евгений Олегович, Уразаева Миляуша Назимовна, Сонин Геннадий Владимирович, Силантьев Владимир Владимирович, Галеев Ахмет Асхатович.

Казанский федеральный университет.

Высокие темпы развития науки и техники сегодня невозможно представить без внедрения цифровых технологий практически во все звенья интеллектуальной деятельности: накопление – сохранение – распространение – применении знаний. Приведенный цикл обращения знаний полностью совпадает с определением Вильгельма фон Гумбольдта (XIX в.) о функциях классических университетов, в то время как первые три звена соответствуют миссии музеев по работе с объектами культурного, исторического и природного наследия.

Метод рентгеновской компьютерной томографии (РКТ) в качестве неразрушающего инструментального метода используется в ведущих музеях для документирования самых разных по размерам, сложности и материалам образцов. Одним из наиболее ярких примеров успешного применения РКТ является проведенное в 2005 году исследование причины смерти правителя Древнего Египта, фараона Тутанхамона, скончавшегося в 1352 году до нашей эры.

Как правило, наибольший объем томографических исследований приходится на скелетный материал и окаменелости древних организмов из музейных коллекций. Тем не менее, высокая разрешающая способность современных микротомографов в сочетании с большой мощностью и

производительностью применяемых компьютеров для обработки массивов данных, а также широкие возможности разработанных программных средств для реконструкции и представления виртуальных трехмерных образов открывает перспективу для более широкого их применения в музейной практике. В качестве иллюстрации возможностей программных средств можно привести «виртуальные развертки» надписей на древнем мандейском языке [1], сохранившейся в виде свернутой в трубку пластинки из свинца, и геркуланумского свернутого папируса [2], сохранившегося после извержения Везувия.

Следующим инновационным этапом использования виртуальных объемных образов для сохранения и распространения знаний об уникальных экспонатах является создание физических моделей с применением технологии лазерной стереолитографии, что уже используется для копирования внешнего вида и внутреннего строения древних моллюсков, живших на Земле 390 млн лет назад [3].

В целях обеспечения сохранности и доступности музейных фондов Президентом РФ Медведевым в 2010 году была озвучена необходимость широкого применения информационных технологий, включая оцифровку коллекций и организацию интернет-сайтов. Цифровые фотомашины, , позволяющие быстро и полностью автоматически создавать 3D-копии музейных образцов только частично решают данную задачу, т.к. они не могут быть применены для исследования внутреннего строения непрозрачных объектов. Приведенный краткий обзор применений компьютерной микротомографии для документирования уникальных образцов позволяет надеяться, что данный метод послужит инструментальной основой при создании электронного каталога музейного фонда страны и сделает его доступным для изучения из любой точки мира.

Установленная в КФУ промышленная микротомографическая система v|tome|x s (*GE Phoenix X-ray*) позволила сотрудникам Института геологии и нефтегазовых технологий КФУ приступить к документированию богатейшей

коллекции Геологического музея им. А. А. Штуkenберга. Одним из исследованных объектов явился Оханский метеорит.

Падение метеорита Оханский наблюдалось 30 августа 1887 года. По свидетельству очевидцев это произошло в полдень в 12-30 или 12-40 по местному времени при ясной погоде. Яркий болид двигался по небу со стороны Солнца и упал около берега Камы. Полет его сопровождался громовыми раскатами, треском и шипением. От огненного шара в разные стороны падали искры и на небе остался след в виде белого дыма, растаявшего минут через пять. Местные крестьяне работавшие в поле у деревень Табора, Половинная и Полевка собрали шесть выпавших кусков метеорита. Один из крупных осколков образовал на поле кратер глубиной около 1,5 м и лежавший в нем метеорит пришлось откапывать. Камень довольно долго был еще горячим. Черная кора покрывала его и только в месте скола просматривалась серая пепельная масса. Общая масса собранных камней оказалась, около 186,5 кг. Прибывший на место падения сотрудник Казанского университета доцент П.И. Кротов доставил в геологический музей университета 148,3 кг фрагментов метеорита. Первые анализы вещества небесного пришельца были сделаны Д.И. Менделеевым в Петербурге. Камень состоял на 79,123% из железа, в нем было 11,378% Ni, 0,763% фосфора, 4,438% серы. Минералогические анализы, сделанные позднее, обнаружили в нем камасит, троилит, ильменит, оливин и стекло, отмечено также содержание самородной меди. По этим данным метеорит был отнесен к кристаллическим хондритам. О метеорите писали П.Л. Драверт [6], нашедший новый его осколок, Е.Л. Кринов [7], акад. А.Н. Заварицкий [4] и его сотрудница Л.Г. Кваша, На сайте в интернете помещены заметки А.К. Станюковича [5] и др.

Рыхлое силикатное вещество метеорита и распределение в нем минеральных и металлических включений изучено еще не до конца. С помощью рентгеновской томографии в лаборатории КФУ удалось получить точную картину структуры метеорита и распределение в нем металлических

включений. Результаты томографии представлены на рисунках, из которых видно, что текстура метеорита, говоря геологическим языком массивная, т.е. распределение включений в силикатном матриксе равномерное по всем направлениям пространства. Метеорит действительно представляет однородную смесь слабо спекшихся силикатных и мелких металлических каплеобразных частиц и кристаллов. Более точное определение генезиса метеорита потребовало проведения электронно-микроскопического изучения составляющих его частиц.

Съёмка образца метеорита проводилась при ускоряющем напряжении 110kV и токе 200 mA с разрешением 29 мкм (объём 1-го вокселя). Для воссоздания объёмной модели образца рентгеновские проекции обрабатывались в ПО *datos|x reconstruction*. Для визуализации и анализа данных по элементам объёмного изображения использовались ПО *VG Studio MAX 2.1* и *Avizo Fire 7.1*. На рисунке приведены виртуальные срезы. По результатом обработки были задокументированы следующие данные: общий объём - 1658,8 мм³ (рис. 1.3.1), объём тяжёлых включений - 190,4 мм³ (рис. 1.3.2), содержание тяжелых включений - 11,48%.

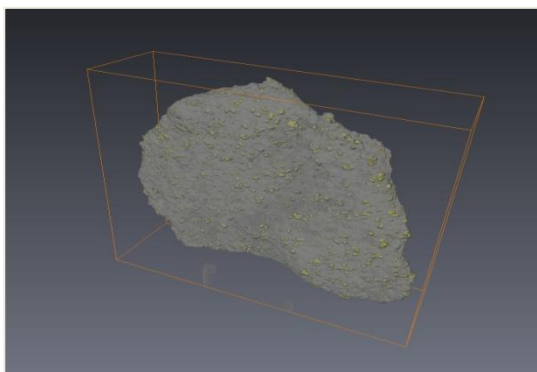


Рис. 1.3.1. Сканированное изображение метеорита

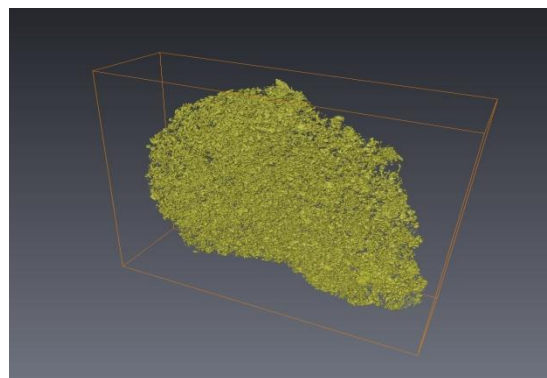


Рис. 1.3.2. Виртуальное выделение областей, представленных тяжёлыми включениями

Литература

1. Christof Reihart. Virtual enrolling of an antique mandaic lead roll // Presentation at 7th X-ray Forum 2011 in Berlin

2. Lin, Y. and Seales, W. B. Opaque Document Imaging: Building Images of Inaccessible Texts // Proceedings of the Tenth IEEE International Conference on Computer Vision (ICCV'05), 662-669.

3. Russel Garwood. "3D printing? Make mine a mollusk." The Conversation. Public Domain under Creative Commons. www.theconversation.edu.au/profiles/russel-garwood-13942. 03 October 2012.

4. Заварицкий А.Н., Кваша Л.Г. Метеориты СССР. Изд. АН СССР, 1952.

5. Станюкович А.К. Метеоритика, вып.33, М.1974.

6. Драверт П.Л. Новый фрагмент Таборского метеорита (Оханск). Метеоритика, вып.3, 1946г., вып. 23, 1963г.

7. Кринов Е.А. Метеориты. Изд. АН СССР 1948.

Галеев Ахмет Асхатович, Институт геологии и нефтегазовых технологий КФУ. E-mail: akhmet.galeev@ksu.ru, akhmet.galeev@mail.ru

1.4. Рентгеновская микротомография в палеонтологии

Пахневич Алексей Валентинович

Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН

Рентгеновская микротомография все чаще используется в палеонтологии в качестве неразрушающего метода. Палеонтологические объекты для рентгеновской микротомографии очень перспективны для изучения, поскольку обладают высокой плотностью и минерализованы. В России пионерным исследованием в области томографии палеонтологических объектов стало изучение Т.А. Тумановой вместе с американскими коллегами (Gallagher et al., 1998) черепов панцирных динозавров рода *Tarchia*. В 2004 г. Х. Кёйпп и В.В. Митта исследовали внутреннее строение аммонита *Quenstedtoceras* sp. Обе работы были

проведены на медицинских томографах. Первое микротомографическое исследование ископаемых объектов было выполнено Е.Н. Курочкиным в соавторстве с коллегами из России и Бельгии в Университете Антверпена (Курочкин и др., 2006) на микротомографе Skyscan 1172. В дальнейшем эта модель микротомографа стала базовой для исследования палеонтологических объектов в Палеонтологическом институте им. А.А. Борисяка РАН. Первые опубликованные тезисы исследований были посвящены изучению на рентгеновском микротомографе внутреннего строения современных и ископаемых брахиопод (Пахневич, 2006, 2007; Pakhnevich, 2007) и раннепалеозойских иглокожих класса *Coronata* (Брянцева и Рожнов, 2007). В настоящее время на данном микротомографе изучены тысячи ископаемых образцов, а результаты микротомографии использованы в десятках статей и монографий. Накоплен богатый опыт изучения различных палеонтологических и геологических объектов. В этой связи появился ряд обобщений, которые будут полезны специалистам, изучающим палеонтологические и геологические объекты с помощью рентгеновской микротомографии. Выделился и ряд перспективных направлений для микротомографии.

1. Условия визуализации. Геологические и палеонтологические объекты относятся к наиболее сложными для микротомографии. Причина заключается в том, что исследователи пытаются выявить высококонтрастные в рентгеновских лучах объекты внутри не менее контрастного минерального окружения горной породы. Поэтому существует ряд ограничений и сложностей для данного метода. Важнейшим условием успешной визуализации исследуемого объекта является разница в контрастности объекта и окружающей его породы или породы, находящейся внутри образца. Она зависит, прежде всего, от элементного состава минералов, из которых состоит объект и окружающая порода. Для палеонтологии важна контрастность таких минералов как кальцит, арагонит, кварц, апатит, пирит, сидерит, гетит, поскольку именно эти минералы чаще всего входят в

основной состав скелетов животных и растительных остатков или замещают исходные минералы в результате фоссилизации. В связи с необходимостью дифференцировать минералы в ископаемых объектах и прогнозировать результат исследования была создана шкала контрастности минералов и горных пород при сканировании с определенными значениями силы тока и напряжения. Были выбраны параметры наиболее часто используемые для микротомографии ископаемых объектов. Исследованы 57 минералов и горных пород (Пахневич, 2009 а, 2011). Они разбиты на 10 уровней. Чем дальше друг от друга располагались на уровнях минералы, тем контрастнее они были. Самые высококонтрастные минералы оказались на 10 уровне. Контрастность зависела от атомных номеров элементов, входящих в минералы. Все минералы сравнивались с кальцитом, который стал эталоном исследования. Контрастность с кальцитом резко увеличивалась, если в состав минерала входили элементы, начиная с титана и более высоким атомным номером. Но если массовая доля такого элемента в минерале была мала, то его влияние на контрастность снижалось, например, биотит, содержащий в своем составе Fe и еще семь элементов, отличается по контрастности от гематита – трехвалентного оксида железа. Неконтрастными оказались некоторые минералы, имеющие совсем несходные элементные составы, например, кальцит, оливин и лепидолит. Отмечено также взаимное влияние минералов друг на друга при их визуализации. Вариации с изменениями силы тока, напряжения, фильтра не дали положительных результатов. Сотрудниками Техасского университета в Остине была создана программа-калькулятор, с помощью которой можно определить значения параметров томографии, при которых будут контрастны 234 минерала. Но вопрос контрастности палеонтологических объектов не ограничивается контрастностью минералов. Многие минералы содержат примеси и включения, которые могут влиять на контрастность, например, изначально данные по контрастности кальцита и галита в шкале контрастности были сильно искажены примесью Rb в галите. Примеси в минералах – это

следующий вопрос в изучении контрастности минералов, который необходимо исследовать. Вторая сложность связана с минеральным составом породы. Фоссилии заключены, как правило, не в мономинеральную породу, поэтому контрастность будет зависеть от сочетания минералов. И это суммарное влияние пока определить сложно. Например, кальцит хорошо контрастен с апатитом, но не контрастен с фосфоритом (при $U=103-104\text{ kV}$, $I=100\mu\text{A}$), важной составной частью которого является апатит.

Важное значение для микротомографии имеет плотность структур объекта. За счет разницы в плотности может быть достигнута контрастность даже объектов имеющих одинаковый или сходный элементный состав. Например, покровы членистоногих, сохраняющихся в янтаре более плотны, чем сам янтарь. Поэтому они хорошо визуализируются на виртуальных срезах. Объектами высокой плотности являются зубы и кости позвоночных животных, в связи с этим они становятся частым предметом томографического исследования. Монокристалл кальцита из скелета иглокожих выглядит на виртуальных срезах иначе, чем микрозернистое окружение карбонатной породы. Увеличение плотности иногда достигается искусственно, например, микротомография современных членистоногих дает хорошие результаты после специального высушивания объектов.

Успешно проводится изучение внутренних полостей палеонтологических объектов, как первичных, так и образовавшихся после разрушения. Например, по пустотам, оставшимся от конечностей жука-щелкуна в янтаре удалось воссоздать их трехмерный облик. По оставшимся пустотам у брахиоподы *Neospirifer tolmatchevi* (карбон, Кузбасс) был реконструирован ручной аппарат (Пахневич, 2007).

Улучшает визуализацию внутренних структур пустота (void), отделяющая их от породы (Angiolini et al., 2010). Или разграничивающую роль играет прослойка минерального вещества иной контрастности, что неоднократно наблюдалось при исследовании раковин брахиопод.

2. Результативность исследований. Результативность

микротомографии палеонтологических объектов в значительной степени зависит от особенностей местонахождения образцов и их сохранности. Она может быть нулевой, как это наблюдалось при микротомографии карбонатных раковин хиолитов в карбонатной породе или достигать высоких значений. Максимальная результативность для карбонатных объектов в карбонатных породах, на примере раковин брахиопод, определяемая по количеству объектов, где обнаружена хотя бы одна из искомых структур, составила 74% (исследован 31 экз.) и 66.2% (420 экз.).

3. Макрообъекты, изучаемые в шлифах. Часть палеонтологических объектов изучается с помощью последовательных пришлифовок. При этом данный процесс может быть трудоемким и долгим. Пришлифовка окремненных или замещенных иным минералом образцов может оказаться и вовсе невозможной из-за высокой твердости минералов. Расшлифованный объект сохраняется в виде отдельных шлифов, ацетатных пленок, изображений и полностью или частично разрушается. Заменить данную методику может рентгеновская микротомография. Исследования проведены на примере многочисленных раковин современных и ископаемых брахиопод (Pakhnevich, 2010), мшанок, кораллов и археоциат. В случае если пространства между днищами и септами кораллов и археоциат, зооэции мшанок и внутренняя полость раковин брахиопод заполнены карбонатной породой, результат микротомографии оказывается отрицательным.

4. Янтарь и перспективы его исследования. Многочисленные микротомографические исследования членистоногих в янтарях различного возраста хорошо известны палеонтологам. За счет разницы в плотности fossilized хитинового покрова и янтаря контрастность остатков членистоногих очень высока. С помощью микротомографии можно убедиться, что от членистоногих в янтаре сохраняются в основном покровы и лишь в некоторых случаях можно наблюдать внутренние структуры, которые можно интерпретировать как остатки органов мягкого тела. Но в янтарях

существуют еще более интересные и сложные для визуализации объекты, например, бактерии, цианобактерии, инфузории, раковинные амебы, водоросли, споры и пыльца, гифы грибов, нематоды, коловратки, мелкие клещи и т.д. Перспективность изучения янтарей заключается в реконструкции этих объектов.

5. Типовые экземпляры и ценные музейные экспонаты. Неоднократно (Пахневич, 2007) рентгеновская микротомография (и томография) использовалась для изучения типовых экземпляров видов современных и ископаемых беспозвоночных и позвоночных животных. Особенно это важно при изучении типовых экземпляров организмов, которые исследуются в шлифах. Возникает противоречие: для подробного описания вида или рода необходимо знать внутреннее строение образца, но при этом его нельзя разрушать, так как он является типовым. Данное противоречие помогает разрешить микротомография. Так была исследована, считавшаяся утерянной, типовая серия экземпляров вида брахиопод *Diestothyris frontalis* из коллекции А.Ф. Миддендорфа (Pakhnevich, 2011). Не менее важно изучение музейных экземпляров, имеющих историческую ценность или отличающихся особой хрупкостью.

6. Изучение следов жизнедеятельности. Поскольку некоторые следы жизнедеятельности представлены пустотами, их можно успешно изучать с помощью микротомографии. Особенно это касается сверлений. Таким образом, можно исследовать общую форму следа, его локализацию в объекте, воссоздать внешний вид. Так были изучены сверления кольчатых червей *Polydora* sp. в субфоссильных раковинах моллюска *Mytilus trossulus* (о. Адак) (Пахневич, 2010). После гибели колоний сверлящих мшанок остаются внутри субстрата пустоты, повторяющие форму их зооидов и столонов. Чтобы исследовать их, пустоты заполняют полимером, а субстрат растворяют. Остаются слепки колоний. С помощью рентгеновской микротомографии при изучении сверлящей мшанки рода *Orbignyopora* удалось изучить строение элементов ее колонии (Вискова, Пахневич, 2010) и

описать новый вид *O. opulenta*. Применяется микротомография и для изучения копролитов. Объемные изображения фрагментированных остатков животных и растений можно использовать для интерпретации пищевых предпочтений животных.

7. Изучение микрофоссилий. Разрешающая способность микротомографов позволяет изучать строение различных микрообъектов. А для стратиграфии остаются актуальными исследования фораминифер, радиолярий, конодонтов, диатомовых водорослей, спор, пыльцы. Известны работы, в которых опубликованы данные по микротомографии фораминифер (Baumgartner-Mora et al., 2006; Görög et al., 2012), конодонтов (Goudeman et al., 2011; Журавлев, Вевель, 2012), радиолярий (Matsuoka et al., 2012), оогоний харовых водорослей (Feist et al., 2005). Проблема заключается не в возможности исследования данных объектов с помощью микротомографии, а в умении их идентифицировать в осадочных породах, что особенно важно для добычи полезных ископаемых, например, нефти.

8. Объекты бактериальной палеонтологии. Эти объекты являются наиболее сложными для рентгеновской микротомографии, так как они находятся на границе разрешения метода. Тем не менее, некоторые бактерии могут достигать больших размеров в сотни микрон или образовывать крупные колонии, например, *Beggiatoa*, *Thiocapsa*, *Metallogenium*, *Thiodictyon*, *Lamprocystis*, *Thermothrix*, *Gallionella*, “*Naumanniella*”, “*Siderocapsa*”, “*Siderococcus*”, *Thiothrix*. Тем более, внутри и на поверхности клеток этих прокариот накапливаются гранулы серы, соединений железа и марганца, что значительно контрастирует бактерии. Не менее крупными являются и цианобактерии. Их нити и чехлы часто кремневеют, поэтому они хорошо визуализируются на виртуальных срезах при изучении гейзеритов (Пахневич, 2009 б). Помимо этого, микротомография может быть вспомогательным методом для исследования структур, образованных бактериальными сообществами, например, строматолитов, фоссилизированных бактериальных пленок, железо-марганцевых морских и

почвенных конкреций. Например, на моренных гранитах была изучена железо-марганцевая корка и в ней только с помощью микротомографа удалось выявить структуры образованные бактериальными сообществами, как дополнительное доказательство происхождения этого образования.

9. Рентгеноаморфные объекты. Некоторые горные породы и минералы рентгеноаморфны. Они прозрачны на рентгенограммах и виртуальных срезах. К ним относятся шунгит и графит. Но включения, которые находятся в них, оказываются высококонтрастными. О происхождении шунгитов идет много дискуссий. Одно из мнений заключается в том, что шунгиты имеют биологическую природу и, следовательно, в них должны оставаться фоссилизированные микрофоссилии, вероятно, цианобактериальной природы. При изучении шунгитов с помощью СЭМ хорошо видно присутствие включений, замещенных различными минералами. С помощью микротомографии возможно определять локализацию микровключений, реконструировать их форму (Пахневич, 2009 б). Это может помочь выяснению происхождения данной породы.

10. Исследования микроструктуры и микроскульптуры. С помощью микротомографии очень сложно изучать микроструктуру карбонатных объектов, элементы которой составляют плотную стенку. Только пустоты между этими элементами, расслоения и участки различной плотности могут быть заметны на виртуальных срезах. Тем не менее, на примере раковин палеозойских брахиопод была изучена микропористость, представленная различными типами пор. Метод помогает выявить расположение пор в разных слоях раковины, частоту пор, их ветвление (Pakhnevich, 2010). Создание трехмерных моделей внешней поверхности объектов позволяет получить изображение микроскульптуры образцов, не прибегая к электронной микроскопии.

Представленные результаты исследований, идеи дальнейшего развития направлений рентгеновской микротомографии не отражают весь спектр исследований, но являются актуальными и перспективными.

Работа поддержана грантом РФФИ №10-04-01475-а

Пахневич Алексей Валентинович, Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН, снс, кбн. Тел.: 8-916-494-93-30, e-mail: alvpb@mail.ru

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКЛАДЫ 1-ГО ДНЯ КОНФЕРЕНЦИИ

2.1. Рентгеновская томография минеральных и палеонтологических объектов на синхротронном излучении с абсорбционным и фазовым контрастом

Александр Альбертович Калоян¹, Екатерина Сергеевна Коваленко¹,
Алексей Валентинович Пахневич², Константин Михайлович Подурец¹

¹ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
Москва;

² Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН

Рентгеновская томография как метод получения трехмерных изображений объекта используется в различных областях, таких как неразрушающий контроль изделий, биология и медицина, минералогия и палеонтология, и другие. В томографии возникает задача выбора оптимальных условий съемки, таких как пространственное разрешение, поле зрения, энергия излучения, а также необходимость применения фазочувствительных методов. Проведение измерений на синхротронном излучении (СИ) позволяет варьировать условия съемки благодаря непрерывному спектру, высокой яркости и коллимации пучка. В данной работе описаны возможности рентгеновской томографии на станции «Медиана» Курчатовского источника СИ применительно к объектам минерального и палеонтологического происхождения, зачастую состоящих из компонентов, мало различающихся по плотности, и соответственно, малоконтрастных при применении стандартных методов исследования, что наглядно иллюстрирует шкала контрастности минералов и осадочных пород [1, 2].

1. Методика экспериментов. Особенностью станции «Медиана» является то, что в экспериментальную зону выведен белый пучок из

накопителя. Спектр излучения при номинальной энергии электронов 2.5 ГэВ имеет максимум около 13 кэВ, а его высокоэнергетическая часть распространяется до значений 80 кэВ и больше, быстро спадая в этом диапазоне. Основной возможностью управления спектром излучения, падающего на образец, является монохроматизация и фильтрация, однако возможно и изменение спектра за счет изменения параметров источника. По ходу пучка расположены оптическая скамья, предназначенная для оперативного монтажа щелей, устройств позиционирования образцов и детекторов, и установка для рефракционной интроскопии [3]. Простота изменения экспериментальной схемы вместе с управлением пучком дают возможность использовать разные способы подготовки пучка для эксперимента и, соответственно, варьировать параметры эксперимента.

Для регистрации проекций используются двухкоординатные детекторы на базе поли- и монокристаллических (CsI и $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$) сцинтилляторов и ПЗС-камер размерностью 1024x1024 элемента, пространственное разрешение варьируется от 2 до 300 мкм. Как правило, съемка заключается в регистрации 360 проекций с шагом 0.5° , пустого пучка и темнового тока детектора. Первичная обработка проекций (очистка от шума, учет фона и неоднородностей пучка, нормировка), а также восстановление срезов по проекциям выполняется методом свертки и обратного проецирования с помощью макросов программы ImageJ [4].

2. Томография на белом пучке. Самым простым способом съемки является использование белого пучка. В этом случае экспериментальная схема включает только щели, фильтры, узел образца и детектор. Использование белого пучка может быть целесообразно только для просвечивания сравнительно толстых объектов, при этом мягкая часть спектра не используется и может быть отсечена поглощающим фильтром. Как правило, применяется сканирование объекта, так как высота пучка составляет всего около 3 мм. Недостатком метода является трудность достижения высокого пространственного разрешения, так как область

свечения монокристаллического сцинтиллятора при больших энергиях возрастает. В наших экспериментах пространственное разрешение составляло 300 мкм, время съемки одного трехмиллиметрового слоя составляло 15 мин.

Данным методом были исследованы крупные ископаемые брахиоподы *Kaninospirifer kaninensis* (Licharev, 1943) (отложения верхней перми, уржумского яруса, п-ова Канин) (Рис. 2.1.1), съемка которых на лабораторных источниках не проводилась ввиду значительной толщины. Были обнаружены хорошо сохранившиеся ручные аппараты животных, имеющие вид спиралей.

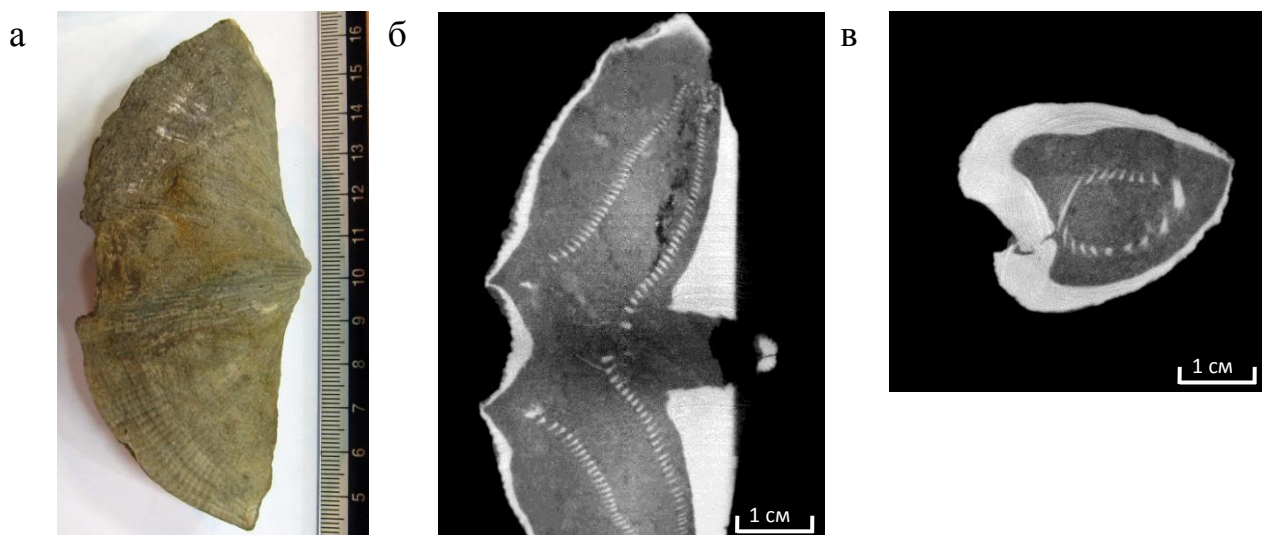


Рис.2.1.1. Фотография крупной брахиоподы *Kaninospirifer kaninensis* (экз. ПИН 4900/78) (а) и ее восстановленные сечения во взаимно перпендикулярных плоскостях (б, в). Внутри каждого сечения отчетливо виден ручной аппарат.

3. Томография на монохроматическом пучке. «Классическим» методом томографической съемки на СИ является съемка с монохроматором. Кристалл выбирает из непрерывного спектра СИ энергию излучения, определяемую его структурой и ориентацией. Для томографии на станции «Медиана» была выбрана схема с однокристалльным монохроматором, отражающим в горизонтальной плоскости. В качестве монохроматора был выбран кристалл германия с механически шлифованной поверхностью, дающий равномерное, без значительных дефектов, поле зрения, и

интенсивность, примерно в 4 раза превышающую таковую для наиболее употребимого совершенного кремния. Наилучшее пространственное разрешение, которого удалось добиться при энергии излучения $E = 12$ кэВ, составляло 3 мкм, при $E = 17$ кэВ оно ухудшалось до 5 мкм.

В качестве примера томографии на монохроматическом пучке можно привести исследование природного кристалла алмаза. Исследовался кристалл размером около 2 мм с включениями, строение и распределение которых представляло интерес. Пространственное разрешение составляло 10 мкм. Время экспозиции на одну проекцию составляло 1 с. На Рис. 2.1.2 представлены один из реконструированных срезов и произвольная проекция трехмерной модели кристалла, построенной по массиву срезов после применения функции выделения краев.

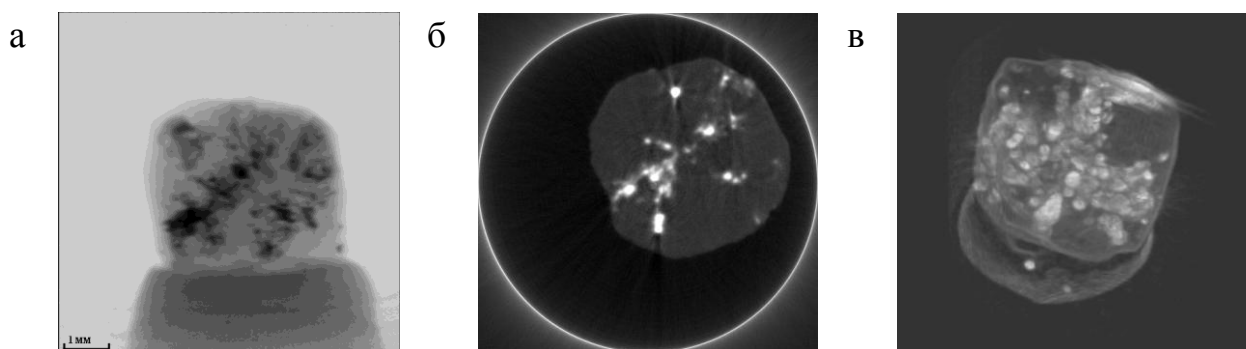


Рис. 2.1.2. Рентгеновская проекция (а) и томографическое восстановление строения кристалла алмаза с включениями: б – одно из восстановленных сечений, в – произвольная проекция трехмерного изображения.

4. Томография с рефракционным контрастом. Наиболее значительного усиления контраста при исследовании слабопоглощающих объектов можно достичь с применением метода рефракционной интроскопии [5], основанного на том, что рентгеновские лучи, проходящие через объект, преломляются на границах раздела. На картинах пропускания, получаемых стандартными методами, это никак не сказывается из-за малости углов отклонения. Однако при использовании рентгенооптической схемы с угловым разрешением на уровне долей угловой секунды преломление лучей в объекте оказывает существенное влияние на формирование изображения

объекта прошедшим через него пучком. Это происходит при последовательном отражении излучения от двух совершенных кристаллов, с образцом, расположенным между ними. Поскольку отражательная способность монокристаллов невелика, практическое осуществление метода возможно только на источниках СИ.

Методом рентгеновской томографии с рефракционным контрастом были изучены образцы ископаемых иглокожих и брахиопод. Результаты съемки сравнивали с аналогичными, полученными на лабораторном микротомографе Skyscan 1172. Во всех случаях наблюдалось значительное повышение информативности изображений по сравнению с абсорбционной съемкой (Рис. 2.1.3). По-видимому, это может быть связано с вариацией пористости объекта, никак не проявляющейся при стандартной съемке.

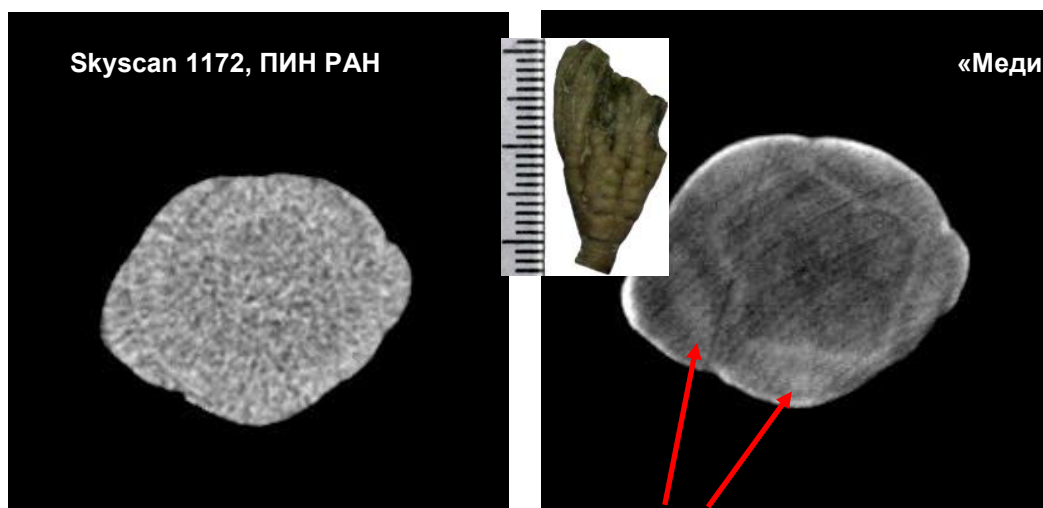


Рис. 2.1.3. Образец морской лилии *Ristnacrinus* sp. (из отложений верхнего ордовика Эстонии): внешний вид и сравнение близких сечений, полученных методом рефракционного контраста и стандартным методом. Стрелками указаны структуры, выявляемые рефракционным методом.

Таким образом, на станции «Медиана» Курчатовского источника СИ развит комплекс методов, позволяющий в широких пределах варьировать условия томографической съемки, оптимизируя параметры эксперимента с учетом тех или иных особенностей изучаемого объекта. Методы дополняют друг друга при изучении малоконтрастных объектов геологического и палеонтологического происхождения.

Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования "Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий" в рамках государственного контракта №16.552.11.7055 и гранта РФФИ 12-02-12069-офи_м а также на рентгеновском микротомографе Skyscan 1172 (ПИН РАН) при поддержке гранта РФФИ 10-04-01475-а.

Литература

1. Пахневич, А. В. О результативности микротомографических исследований палеонтологических объектов // Современная палеонтология: классические и новейшие методы – 2009. – М.: ПИН РАН, 2009. – С. 127-141.
2. Пахневич, А. В. Шкала контрастности минералов и горных пород для рентгеновской микротомографии // Материалы Международного минералогического семинара «Минералогические перспективы – 2011». – Сыктывкар, 2011. – С. 124-125.
3. Manushkin, A. A. Refraction imaging of the biological and medical objects at the "Mediana" station of the Kurchatov Synchrotron Radiation Source / A. A. Manushkin, D. K. Pogoreliy, K. M. Podurets, A. A. Vazina, T. S. Lagoda, V. A. Somenkov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2007. – v. 575. – P. 225-227.
4. Rasband, W. S. ImageJ [Электронный ресурс] // U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, 1997-2011: сайт. – URL: <http://imagej.nih.gov/ij/>
5. Подурец, К. М. Радиография с рефракционным контрастом / К. М. Подурец, В. А. Соменков, С. Ш. Шильштейн // ЖТФ. – 1989. – т. 58, № 6. – С.115-121.

Калоян Александр Альбертович, НИЦ «Курчатовский институт», н.с. Тел.: 84991967351, e-mail: alexander.kaloyan@gmail.com

2.2. Особенности получения и структурирования объектов в горных породах методом рентгеноматомграфии

Стрельченко Валентин Вадимович, Пименов Юрий Георгиевич,
Соколов Дмитрий Иванович, Шумейко Александр Эдуардович

Российский государственный университет нефти и газа им.

И.М.Губкина

Практика работы с рентгеновскими моделями образцов горных пород выявила ряд особенностей процесса исследования. Основная проблема в том, что горная порода состоит из уплотненных зерен различной формы, размера и состава. Поэтому установить форму границы между скелетом и пустотами не представляется возможным. Мы учитываем тот факт, что в точке рентгеновского изображения ее плотность соответствует суммарному поглощению в объеме материала, а значит, плотность точки изображения отображает соотношение пустоты и плотности в элементарном объеме. Поэтому мы стали использовать две границы выделения: первая - разделяет плотный скелет и вероятные точки с границами раздела, вторая - вероятные и гарантированные точки пустот. Было разработано специальное программное обеспечение.

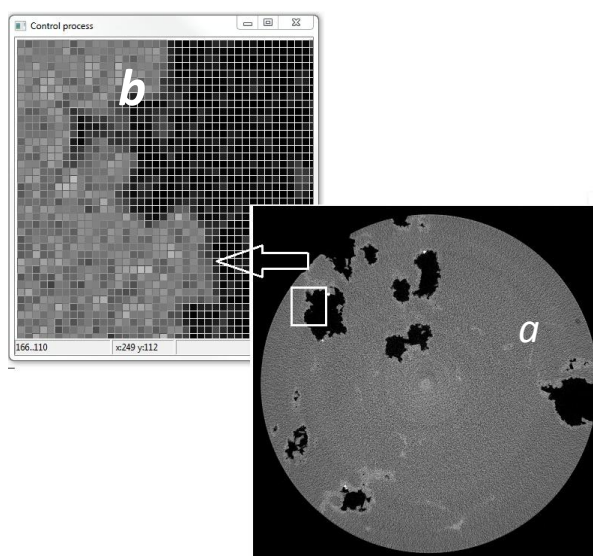


Рис. 2.2.1. Оценка граничной яркости на общем (а) и детальном (b) срезах образца

При решении задачи извлечения запасов углеводородов необходимо определение связанности элементарных пустот. Форма пустот очень сложная и пространственная. Кроме того, необходимо учесть направление действующего градиента давлений. Была разработана программа определения связей в пустотном пространстве, которая позволила выявить анизотропию структуры, что подтверждается другими способами исследований.

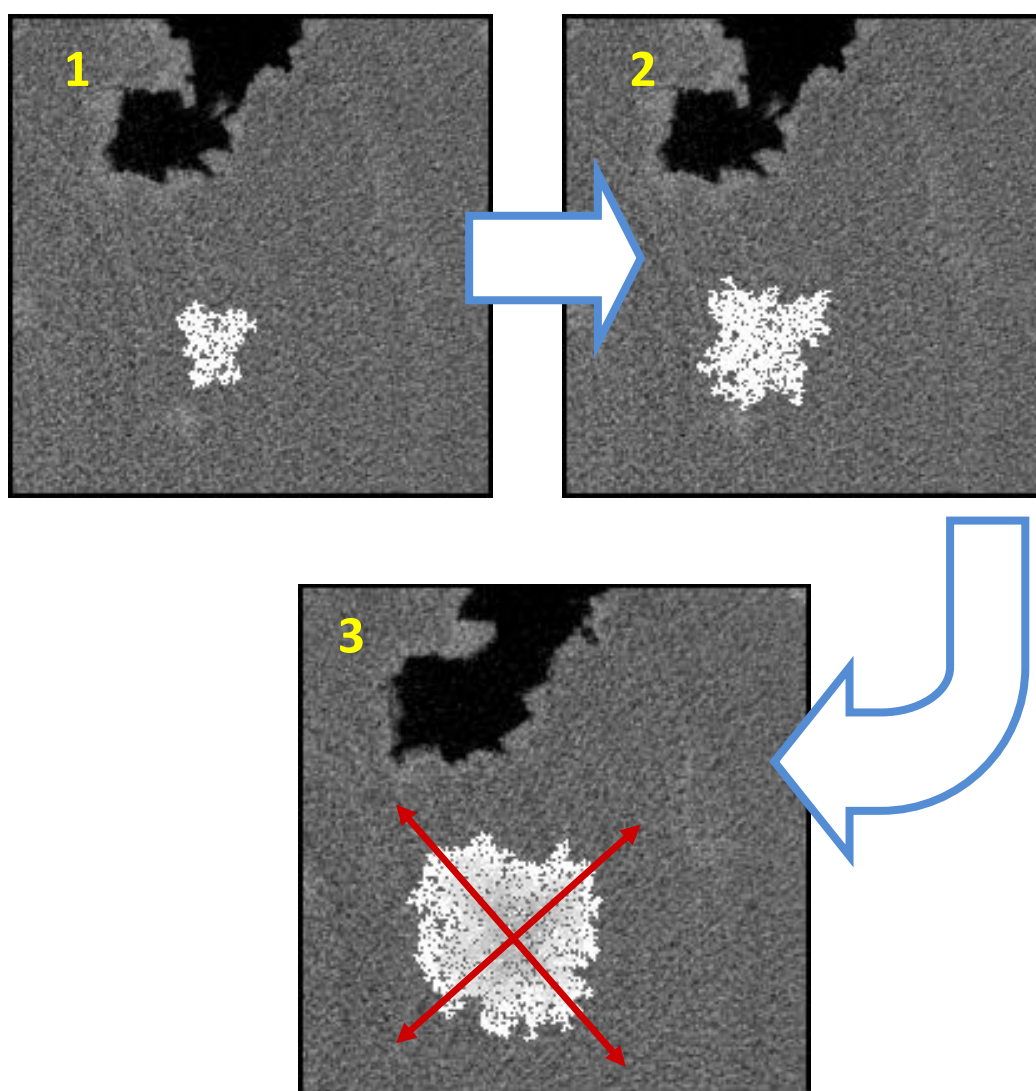


Рис. 2.2.2. Оценка ФЕС и определение анизотропии

Этот результат крайне важен, так как позволяет проводить исследования проницаемости по большому количеству направлений ориентации образца, а не одного для принятой цилиндрической формы.

Дополнительным преимуществом является снижение стоимости и увеличение скорости и вариантов исследований при переходе на виртуальный, компьютерный образец.

Рассмотрение физической модели получения множества рентгеновских изображений привело к разработке алгоритмов повышения качества исходных изображений. Усилия были направлены на автоматическое выравнивание плотности изображений проекций при продолжительной съемке и изменении параметров источника и приемника рентгеновского излучения, преодоление нелинейной модели поглощения рентгеновских лучей и устранения размыва пятна рентгеновского луча. В результате, мы программно обрабатываем полученные проекции объектов и получаем исходные изображения другого качества для последующей реконструкции объекта.

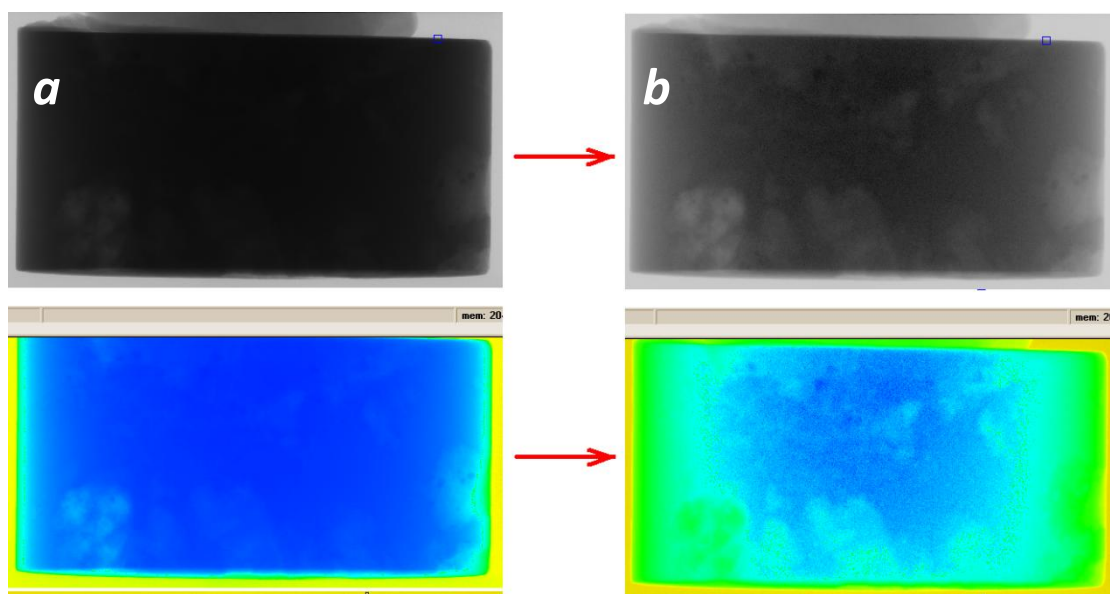


Рис. 2.2.3. Обработка теневых снимков (a) для повышения качества(b)

Полученные результаты могут быть использованы как плагины в системе обработки изображений SKYSCAN и полностью совместимы с используемыми форматами данных. Новое качество полученных моделей обеспечивает моделирование физических процессов, соответствующих технологиям оценки и разработки запасов углеводородов.

Для анализа неоднородного пустотного пространства мы создаем ряд наборов данных, адаптированных к решению частных задач.

Во-первых, модель связанности, позволяющая определить связанность элементов пустотного пространства и модель удаленности объектов от первоначально заданного элемента.

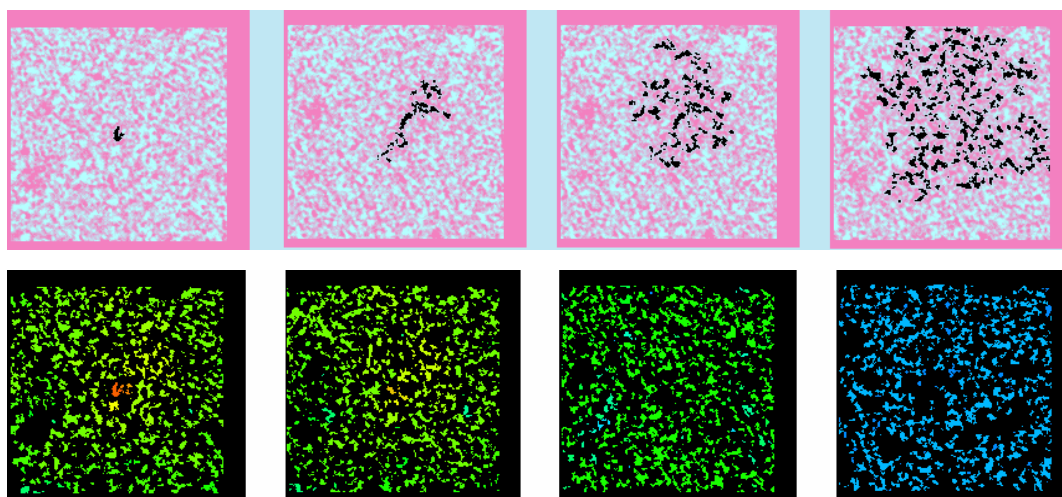


Рис. 2.2.4. Связанность и удаленность объектов порового пространства

Во-вторых, поровое пространство структурируется на флюидосодержащие и фильтрующие элементы с их разделением по степени шероховатости поверхности.

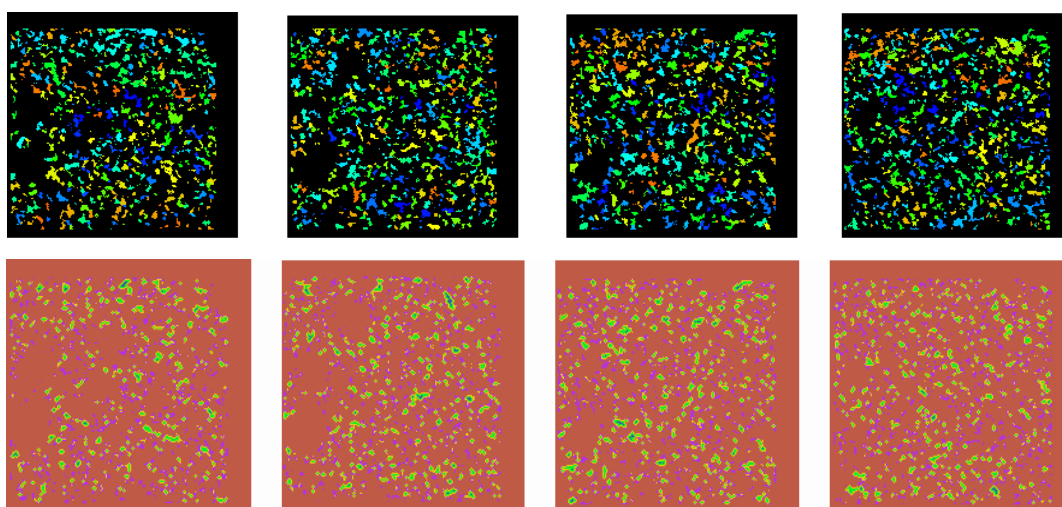


Рис. 2.2.5. Структура порового пространства

В-третьих, структурную модель порового пространства с элементами ориентации, формы, связанности и размера пор.

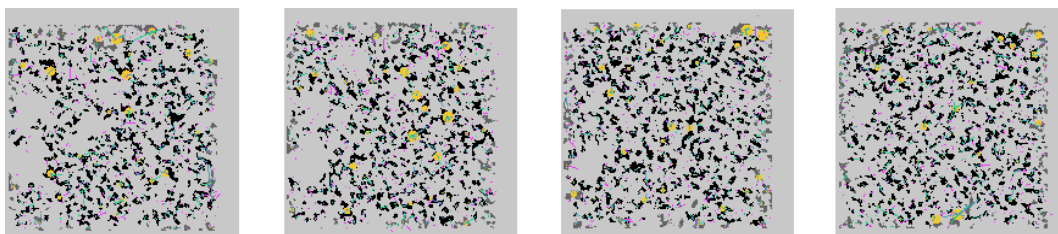


Рис. 2.2.6. Модель порового пространства

В-четвертых, модель породы с выделением крупных и мелких элементов структуры.

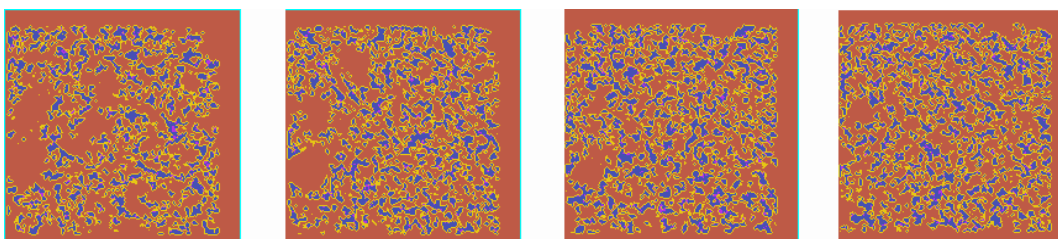


Рис. 2.2.7. Модель породы

Все перечисленные модели необходимы при описании структуры и типологии, как порового пространства, так и породы, что позволяют производить расчеты объемных, гидродинамических и механических свойств изучаемых объектов.

Шумейко Александр Эдуардович, РГУ нефти и газа им. И.М.Губкина, старший преподаватель, к.т.н. Тел.: 79104017874, e-mail: geomodel@mail.ru

2.3. Использование метода μ ct в изучении анатомии полихет, на примере *ophelia limacina* (rathke, 1843) (opheliidae, polychaeta). Сравнение метода микротомографии с классическими методами изучения внутренней морфологии беспозвоночных

Белова Полина Андреевна

Биологический факультет, Московский государственный университет имени
М.В.Ломоносова, Россия, Москва. belova@wsbs-msu.ru.

С каждым годом исследователи секвенируют все больше генов, а список изученных видов становится все шире. Почему же построение филогении на основе морфологических признаков остается актуальным? Во-первых, включение в анализ вымерших видов возможно только на основе морфологических признаков, а картина взаимосвязей животного мира будет неполна без ископаемых представителей. Во-вторых, не все из ныне живущих таксонов доступны для выделения ДНК – это касается редких видов, труднодоступных видов, а также видов, описанных по единственному экземпляру и больше не встречавшихся исследователям. В-третьих, филогенетические реконструкции, построенные по молекулярным данным, часто противоречивы или выглядят недостоверными, и поэтому нуждаются в проверке и сопоставлении с данными морфологии.

Система кольчатых червей была предметом дискуссий, начиная с 19 века. Результаты исследований последних лет, посвященные как внутренним филогенетическим взаимоотношениям, так и взаимоотношениям аннелид с близкородственными группами, противоречивы и показывают множество различий между морфологическими и молекулярными данными.

Клада *Opheliidae-Scalibregmatidae*, куда относится сем. *Opheliidae* - одна из наиболее проблемных групп среди полихет. Во-первых, не понятно взаимоотношение семейств внутри этой клады. Во-вторых, в свете новых молекулярных данных границы некоторых семейств этого таксона пошатнулись. Одним из таких семейств является *Opheliidae*. По результатам изучения 16SPHK, 28SPHK, НЗ род *Travisia*, который раньше входил в сем. *Opheliidae*, образует отдельную монофилитическую кладу «*Travisia clade*», которая является сестринской группой *Scalibregmatidae*.

На фоне стремительно нарастающего объема молекулярных данных очевидной проблемой является недостаточность знаний об анатомии и ультраструктуре большинства таксонов полихет. Для большинства представителей сем. Opheliidae не проанализировано разнообразие строения полости тела, пищеварительной, кровеносной, выделительной систем и практически не описано ультраструктурное строение. Это несоответствие ведет к тому, что признаки внутренней морфологии и ультраструктуры либо вообще не используются для филогенетических построений, либо кодируются как неизвестные для большинства групп, что снижает разрешение кладограмм, либо, что хуже всего, используются неправильные значения этих признаков. В связи с этим многие авторы отмечают необходимость использования всего набора признаков, как внешнего, так и внутреннего строения, для филогенетических построений.

В настоящее время для изучения внутренней морфологии беспозвоночных животных используют следующие стандартные методы: анатомическое вскрытие, серии гистологических срезов, сканирующая (СЭМ) и трансмиссионная (ТЭМ) электронная микроскопия. Метод микрофотографии (μСТ) является новым методом для изучения анатомии беспозвоночных животных в России.

Эта работа посвящена исследованию возможностей метода μСТ в изучении анатомии полихет на примере *Ophelia limacina* (Rathke, 1843) (Opheliidae) и сравнению этого метода с другими современными методами изучения внутренней морфологии.

Материалом для работы послужили 3 особи *O. limacina*, собранные легководолазным методом в окрестностях ББС МГУ имени Н. А. Перцова (66° 34' N, 33°08' E). *O. limacina* - это полупрозрачные черви (0.1 – 4 см в длину) (рис. 2.3.1 А), имеющие металлическую розовую окраску. Они обычно встречаются на песчаных или заиленных грунтах, ракушке на глубинах от 0 м до 23 м. Материал был зафиксирован 2,5% глутаровым альдегидом на фосфатном буфере с постфиксацией 1% OsO₄ на 0,1 М буфере

по стандартным методикам. После этого особи *O. limacina* были высушены методом критической точки. Далее они были отсканированы на томографе SkyScan 1172. Сканирование производилось при напряжении 59 kV, силе тока 167 μ A с шагом 2.58 мкм между оптическими срезами. Время сканирования 2 часа 2 минуты. Для оценки полученных результатов использовались программы CTvox и Data Viewer.

С помощью метода μ СТ была описана: 1) внешняя морфология *O. limacina*: форма тела червя, деление на отделы тела, деление на сегменты, вторичная кольчатость, форма простомиума, пигидия, параподий, жабр, чувствительных органов таких, как: нухальные и латеральные органы (рис. 2.3.1 Б, 2.3.1 В, 2.3.1 Г). Можно отметить, что при использовании метода μ СТ нельзя идентифицировать реснички на поверхности нухального и латеральных органов, поры желез, что можно связывать с недостаточной разрешающей способностью прибора (разрешение 2,58 мкм). Такие поверхностные структуры отчетливо видны на сканирующем электронном микроскопе (разрешение 4 нм), трансмиссионном электронном микроскопе и на гистологических срезах; 2) внутреннюю морфологию *O. limacina*: 3D топологию мускулатуры (рис. 2.3.1 Д-2.3.1 П), полости тела (рис. 2.3.1 Д, 2.3.1 И, 2.3.1 К, 2.3.1 Л), пищеварительной (рис. 2.3.1 Д – 2.3.1 Л, 2.3.1 О, 2.3.1 П), кровеносной (рис. 2.3.1 Д, 2.3.1 Ж, 2.3.1 З, 2.3.1 Л, 2.3.1 П), нервной систем (рис. 2.3.1 Е, 2.3.1 Н, 2.3.1 П). Использование метода μ СТ позволяет увидеть в полости тела *O. limacina* целоמוциты, которые ранее были исследованы с применением методов световой и электронной микроскопии. Это амебоидные клетки, большую часть которых занимает электронно-плотный стержень (рис. 2.3.1 К). Такой тип клеток полости тела, описанный автором впервые у *O. limacina*, является новым для полихет.

Метод микротомографии дает возможность получить представление о внутреннем строении изучаемого объекта в 2D-изображениях и 3D-реконструкциях с минимальной подготовкой образца и с сохранением его целостности. С помощью этого метода возможно получить

высококачественные изображения внутренней и внешней анатомии за кратчайший временной промежуток (время сканирования объекта 2 часа 2 минуты).

Сравнение современных методов изучения анатомии беспозвоночных животных.

Метод анатомических вскрытий для *O. limacina* дает исследователю лишь частичное представление о внутреннем строении объекта. Так как самые большие представители *O. limacina* достигают в длину около 4 см, то при вскрытии не всегда удастся отпрепарировать целиком систему органов. Так, при вскрытии не удастся обнаружить мозг, который расположен в простомииуме диаметром всего --- 300 мкм и не может быть вскрыт с помощью микроанатомических ножниц. Из-за сильно развитой диагональной мускулатуры брюшного желобка у *O. limacina* на вскрытии нельзя определить, трансверсальная или кольцевая мускулатура характерна для этого вида. На рисунке 1 М и 1 Н (мСТ) видно, что *O. limacina* имеет кольцевую мускулатуру. На вскрытии не видно параподиальных мышц, мышц глотки, мышц инъекторного органа, отдельных мышц перистомииума и первого щетинконосного сегмента. Все эти структуры, включая мозг, можно увидеть при использовании метода микротомографии (рис. 2.3.1 Е, 2.3.1 З, 2.3.1 К, 2.3.1 Л, 2.3.1 М). При использовании метода анатомического вскрытия невозможно сделать достоверную 3D-реконструкцию систем органов. Результатом данного метода является рисунок, сделанный со вскрытия, или фотография.

Метод сканирующей электронной микроскопии дает возможность увидеть поверхностные структуры изучаемого объекта с хорошим разрешением (~ 4 нм). Для изучения внутренней анатомии методом сканирующей электронной микроскопии необходимо сначала сделать анатомическое вскрытие объекта или толстые срезы (поперечные и сагиттальные). В этом случае исследователь сталкивается с теми же проблемами, что и при использовании метода анатомического вскрытия. С

применением метода сканирующей электронной микроскопии на сагиттальном срезе червя можно видеть всю поверхность среза с большим увеличением и высоким разрешением. Например, на срезе кишечника можно видеть его клетки с ресничками. Метод μ СТ не позволяет увидеть клеточное строение органов. Преимуществом метода микротомографии является возможность получения целой серии оптических срезов, по которой можно проследить всю структуру, в то время как использование СЭМ позволяет изучить только один срез. В результате, метод сканирующей электронной микроскопии дает высококачественные 2D-изображения с хорошим разрешением (~ 4 нм) за достаточно короткий временной промежуток. Но 3D топологию внутренних органов, используя этот метод, получить невозможно. Важно отметить, что при работе на СЭМ целостность образца сохранить не удастся, что не позволяет в дальнейшем изучать этот же объект другими методами.

Серии гистологических срезов. Этот метод дает достаточно полную картину о внутреннем строении изучаемого объекта. При использовании данного метода можно получить частичную информацию о клеточном строении объекта и получить 3D реконструкцию систем органов, обработав серии срезов при помощи программ 3D реконструкторов. Минусом данного метода является большая трудоемкость и длительный временной интервал до получения репрезентативных результатов. Для получения результатов необходимо зафиксировать объект по стандартным методикам, заключить его в смолу, предварительно проведя по спиртам и ацетонам, подготовить пирамидку для резки и сделать серию полутонких срезов толщиной 1 мкм (для реконструкции 2 см червя необходимо сделать 2000 срезов). Далее нужно сфотографировать все полученные срезы и обработать их в программе 3D реконструкторе. В итоге можно отметить: для того чтобы получить 3D реконструкцию систем внутренних органов фрагмента тела *O. limacina* длиной 2 см (аналогичный фрагмент тела червя, который исследовали на

микротомографе), исследователю необходимо полтора месяца непрерывной работы.

Метод трансмиссионной электронной микроскопии дает возможность получить наиболее полную информацию о строении изучаемого объекта на клеточном уровне. Заметим, однако, что метод трансмиссионной электронной микроскопии обычно используется для изучения ультратонкого строения небольшого участка той или иной ткани, он не позволяет получить представление об общей морфологии объекта.

В заключение можно отметить, что метод микротомографии является быстрым, неинвазивным и не нарушающим целостности объекта методом визуализации мягкотелых морских беспозвоночных. Этот метод дает 2D и 3D высококачественные изображения достаточного увеличения с минимальным временем пробоподготовки. Ограничение представленного метода - невысокое разрешение: 2,58 мкм. Использование метода μ СТ в совокупности с методами ТЭМ и СЭМ дают исследователю целостное представление о внешней и внутренней морфологии, а также об ультратонком строении объекта. Метод микротомографии является уникальным методом для изучения редких объектов и музейных экземпляров. В тоже время актуальной задачей остается подбор фиксаторов, среды заключения объекта и контрастеров для улучшения четкости изображения, а также оптимальных условий, релаксантов и контрастирующих веществ для прижизненного сканирования морских беспозвоночных.

Работа поддержана грантами РФФИ: 12-04-33045, 11-04-01695а, 10-04-01547а.

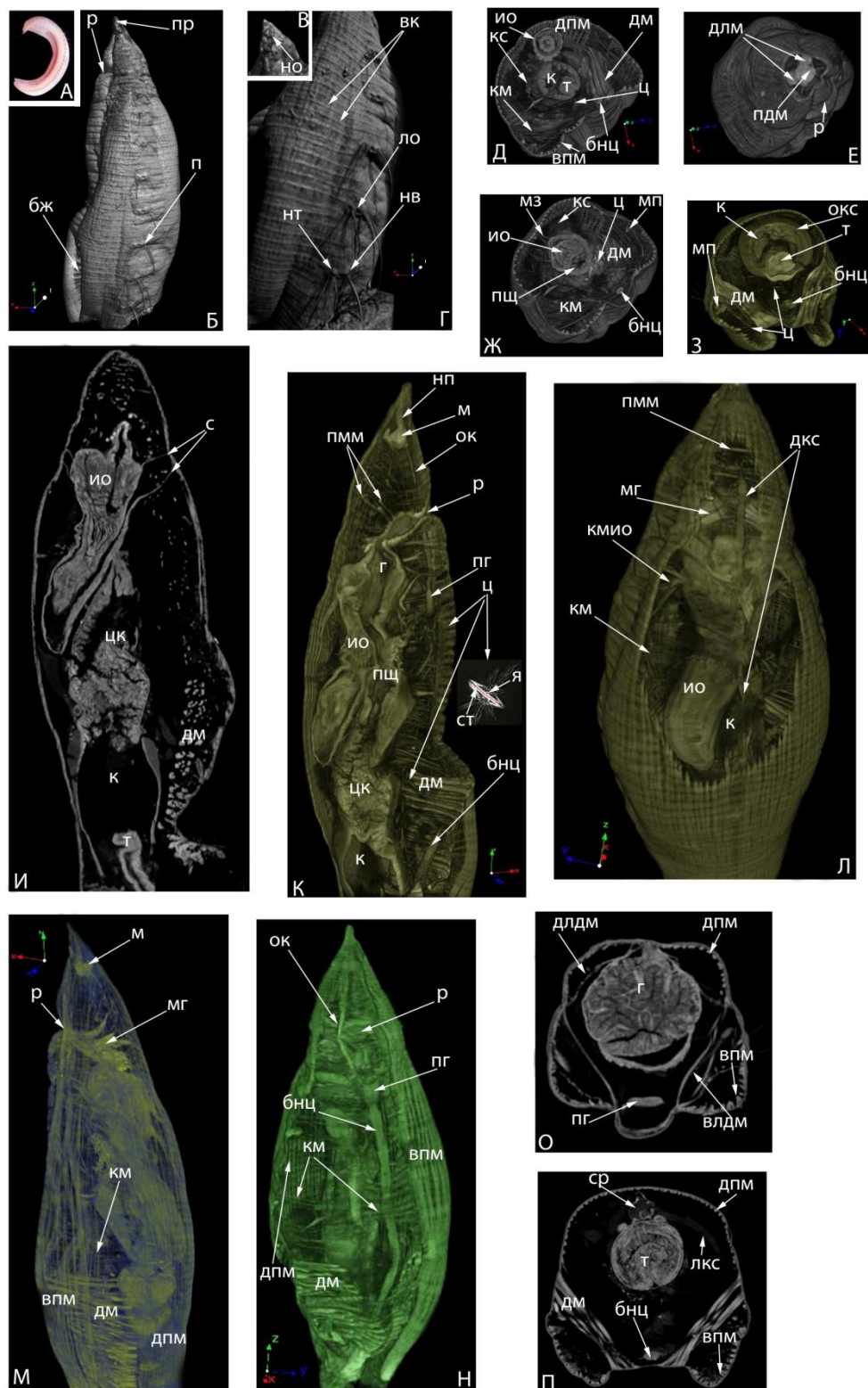


Рис. 2.3.1. *O. litacina* : фотография: А – внешний вид; μ СТ: Б- внешний вид сбоку, В – голова, нухальный орган, Г – передняя часть тела вид сбоку, Д – поперечный срез на уровне инжекторного органа, Е – поперечный срез на уровне мозга, Ж – поперечный срез на уровне пищевода, З – поперечный срез средней части тела, И – фронтальный срез на уровне септ, К – сагиттальный срез, Л – фронтальный срез передней части тела, М – мускулатура, Н – косой срез с вентро-латеральной стороны, О – поперечный срез на уровне глотки, П – поперечный срез на уровне сердца. р – рот, пр – простомий (головная лопасть), п – пароподия, бж – брюшной желобок, но – нухальный орган (хеморецепция), ло – латеральный орган (хеморецепция), нт – нотоподия (спинная ветвь пароподии), нв – невроподия (брюшная ветвь пароподии), вк – вторичные кольца сегмента, ио – инжекторный орган, к – кишка, т – тифлозоль (вентральное

впячивание кишечника, для увеличения всасывающей поверхности), бнц – брюшина нервная цепочка, кс – кровеносный сосуд, дпм – дорзальная продольная мускулатура, впм – вентральная продольная мускулатура, км – кольцевая мускулатура, дм – диагональные мышцы брюшного желобка, ц – целоמוциты, длм – дорзо-латеральные доли мозга, пдм – передняя доля мозга, мз – мезентерий, мп – мышцы пароподии, пц – пищевод, окс – околокишечный кровеносный синус, с – септы, цк – цекум, ок – окологлоточные коннективы, пг – подглоточный ганглий, пмм – поперечные межлатеральные мышцы, мг – мышцы глотки, кмио – комплекс мышц инжекторного органа, дкс – дорзальный кровеносный сосуд, длдм – дорзо-латеральная диагональная мускулатура, влдм – вентро-латеральная диагональная мускулатура, г – глотка, ср – сердце, лкс – латеральный кровеносный сосуд, нп – нерв простомиума, ст – стержень, я – ядро.

Белова Полина Андреевна, Биологический факультет МГУ, инженер-лаборант. Тел.: 89163537061, e-mail: belova@wsbs-msu.ru

2.4. Микротомографическое исследование зональности-секториальности изоморфно-смешанных кристаллов $\text{Na}(\text{Cl},\text{Br})\text{O}_3$, выращенных в областях кинетических аномалий

Сергей Николаевич Бочаров, Александр Егорович Вихарев

Санкт-Петербургский государственный университет, геологический ф-тет, кафедра кристаллографии

В геологии, зонально-секториальное распределение химического состава по объему кристалла используются для реконструкции условий минералообразования (характер поступления вещества, температура и давление при которых кристалл рос, а также их изменение). При таких минералогических реконструкциях предполагается, что зависимость скорости роста от температуры описывается простыми зависимостями (линейными, экспоненциальными). В тоже время, в литературе имеется множество сведений о том, что при монотонном снижении температуры скорость роста претерпевает резкие изменения, названные авторами - кинетические аномалии (Сипягин, Чернов 1968; Бочаров, Гликин 2008; и т.д.).

На примере модельной системы $\text{Na}(\text{Cl},\text{Br})\text{O}_3$, было показано, что кинетические коэффициенты распределения компонентов, определяющие состав кристалла, меняются с температурой также немонотонно (рис. 2.4.1) и

скоординировано со скоростью роста (Bocharov et al., 2009; Бочаров, 2010). Исходя из этих данных, было сделано предположение о возникновении специфического типа зональности в кристаллах, выращенных в областях кинетических аномалий.

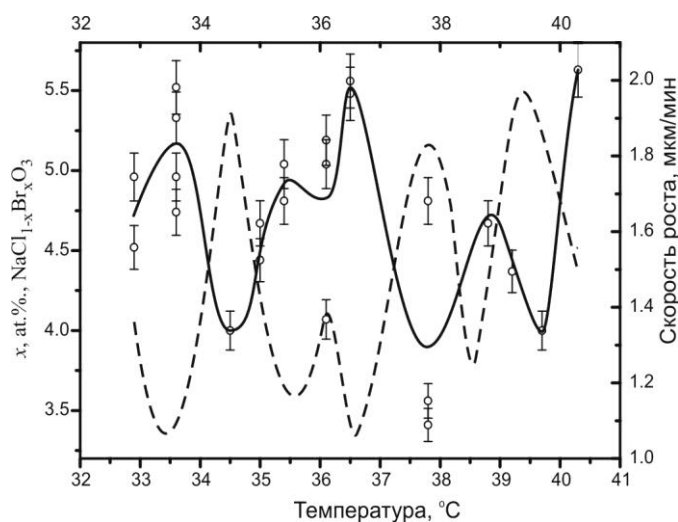


Рис. 2.4.1. Температурные аномалии скорости роста грани $\{100\}$ кристаллов $\text{NaCl}_{1-x}\text{Br}_x\text{O}_3$ (штриховая линия) и содержание бромата натрия в выросших кристаллах (сплошная линия и точки) (Bocharov et al., 2009).

Экспериментальная проверка этого предположения требует с одной стороны адаптации имеющихся методов выращивания кристаллов, для создания условий при которых влияние аномалий будет максимальным, с другой стороны, выбора метода изучения полученных кристаллов.

Модельная система $(\text{Na}(\text{Cl},\text{Br})\text{O}_3)$, для которой имеются данные о температурной зависимости коэффициентов распределения, из-за низкой термической стабильности, не пригодна для изучения методами электронной микроскопии. Другие методы, дающие данные о составе (рентгеновская дифракция, спектральные методы, в том числе, масс-спектрометрия), позволяют получить сведения только об усредненном характере состава. Таким образом, рентгеновская компьютерная томография является одним из немногих методов пригодных для решения поставленной задачи. К дополнительным ее преимуществам относится: отсутствие необходимости

предварительной подготовки образца; неразрушающий характер, что позволяет, в дальнейшем, изучать образцы другими методами; возможность определения химического состава, используя эталоны. Изучаемая система, характеризуется контрастными физическими свойствами (плотность – 2.49, 3.49 г/см³, параметры элементарной ячейки - 6.575 (ICDD PDF 5610), 6.706 Å (ICDD PDF 430647) для хлората и бромата натрия соответственно), что дает возможность фиксировать изменение состава кристаллов по объему, даже при небольшой концентрации примесной компоненты (BrO₃⁻) в выращенных кристаллах.

Кристаллы для изучения были получены тремя различными методами. Комбинированным методом (совмещение метода вертикального температурного градиента и снижения температуры), методом спонтанной кристаллизации и при постоянном переохлаждении (~ 2 – 3 °C) (метод микрокристаллизации), последние два использовались в качестве контрольных.

В работе, использовался рентгеновский микротомограф SkyScan 1174, имеющий следующие характеристики: вольфрамовый катод, мощность рентгеновской трубки - 40 Вт, пространственное разрешение 6-30 мкм. Крупный размер (5-10 мм) и высокая поглощающая способность изучаемых кристаллов, а также малая мощность рентгеновской трубки микротомографа, определила следующие параметры съемки: экспозиция 30 сек, шаг поворота 0.22 – 0.40, количество усредняемых фреймов 20 - 30, алюминиевый фильтр толщиной 1.6 мм.

Реконструкция массива теневых изображений в микротомографические сечения проводилось в программе NRecon со следующим набором параметров: ring artifact correction 5 - 20, smoothing 0 - 3, beam hardening correction (%) 16 – 41.

Полученные кристаллы характеризуется кластерной микронеоднородностью вещественного состава. Формирование такой неоднородности связано с особенностями роста смешанного кристалла

(Glikin, 2007). Поскольку, для нашего исследования, представляют интерес только существенные изменения химического состава, то для уменьшения вклада кластерной микронеоднородности полученные профили обрабатывались Фурье-фильтром по 15 точкам (рис. 2.4.2).

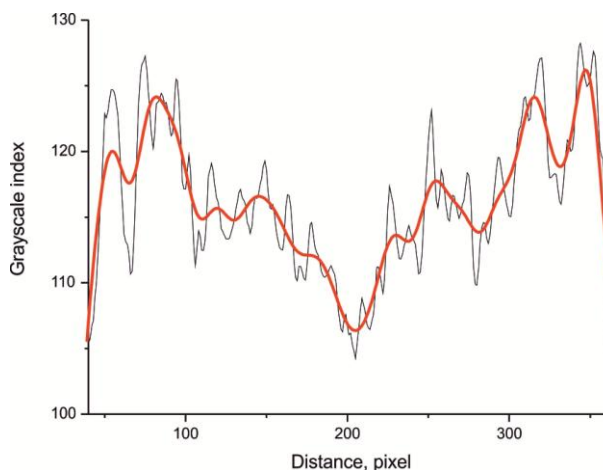
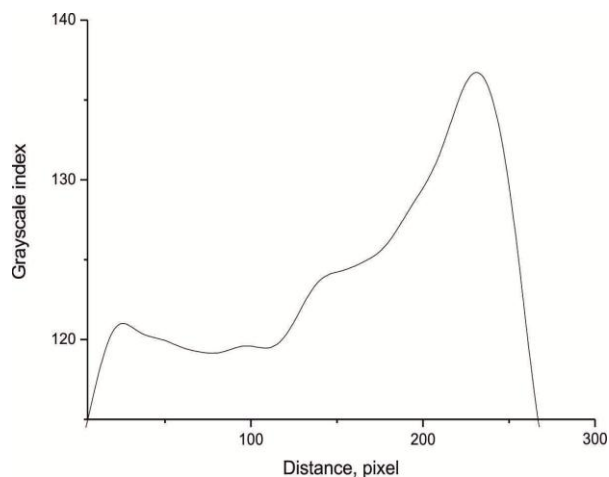
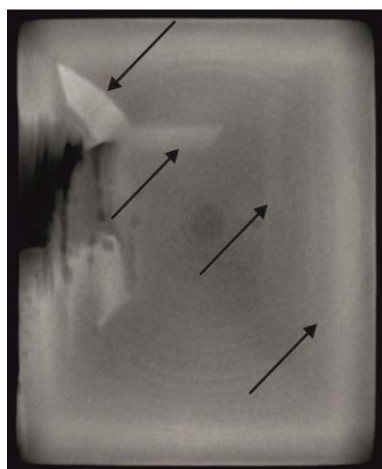
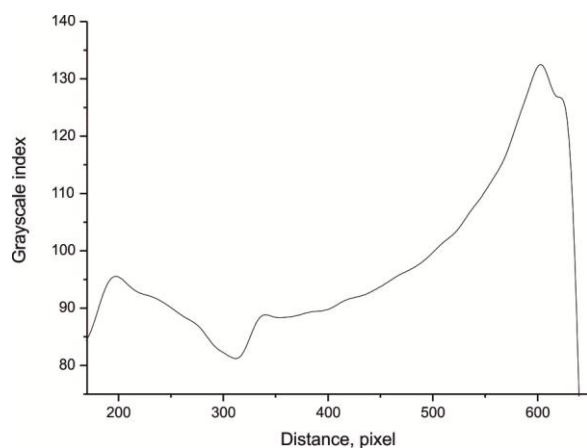
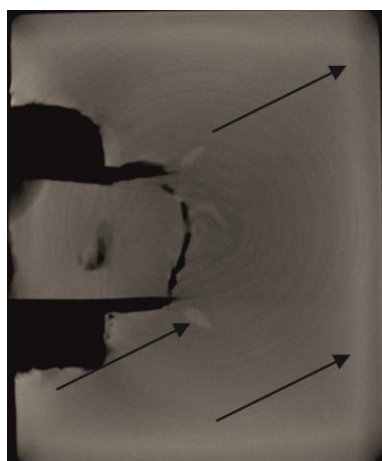
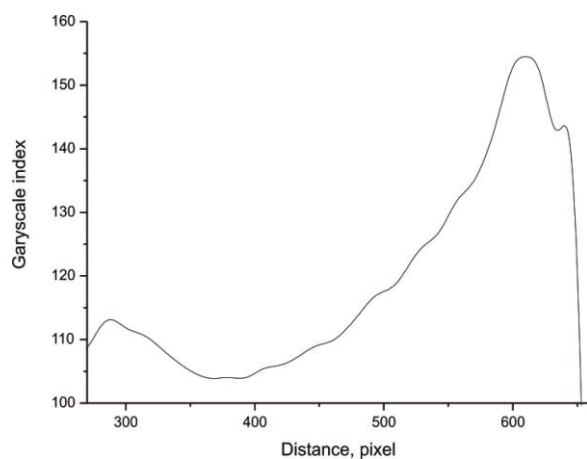
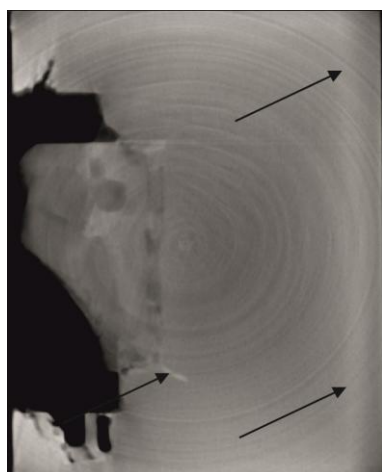


Рис. 2.4.2. Профиль индекса серого кристалла, выращенного методом спонтанной кристаллизации без обработки (тонкая линия) и с обработкой (жирная линия) Фурье-фильтром.

При постановке экспериментов в температурных интервалах 39.0 – 36.5 °С; 38.8 – 34.5 °С; 39.5 – 37.9 °С, в кристаллах, выращенных комбинированным методом, объемное распределение индекса серого, отвечающего томографической плотности, а соответственно и химическому составу, у всех кристаллов, имеет зональный характер. На рисунке 2.4.3 стрелками показаны зоны, насыщенные броматом натрия с которыми коррелируют профили индекса серого. Профили строились по направлению от затравки к краю кристалла через его центр (рис. 2.4.3), с последующей обработкой Фурье-фильтром (усреднение по 15 точкам).



А

Б

Рис. 2.4.3. Микротомографические сечения кристаллов $\text{Na}(\text{Cl},\text{Br})\text{O}_3$, выращенных в областях кинетических аномалий (а), и их профили индекса серого (б); стрелками показаны зоны, насыщенные броматной компонентой.

Для сопоставления характера распределения примеси, в зависимости от условий выращивания, была получена серия кристаллов из растворов того же состава методами постоянного переохлаждения и массовой кристаллизации.

При сравнении микротомографических картин полученных кристаллов, было выявлено, что в кристаллах, выращенных методами спонтанной кристаллизации и при постоянном переохлаждения, зональных колебаний химического состава не наблюдается. В случае спонтанной кристаллизации, полученный кристалл имеет однородный химический состав (рис. 2.4.4 в). При выращивании кристалла методом микрокристаллизации, полученный кристалл характеризуется зоной затравочного кристалла и наращенной частью (рис. 2.4.4 б). Таким образом, зональное распределение компонентов наблюдается только в кристаллах, выращенных комбинированным методом (рис. 2.4.4 а).

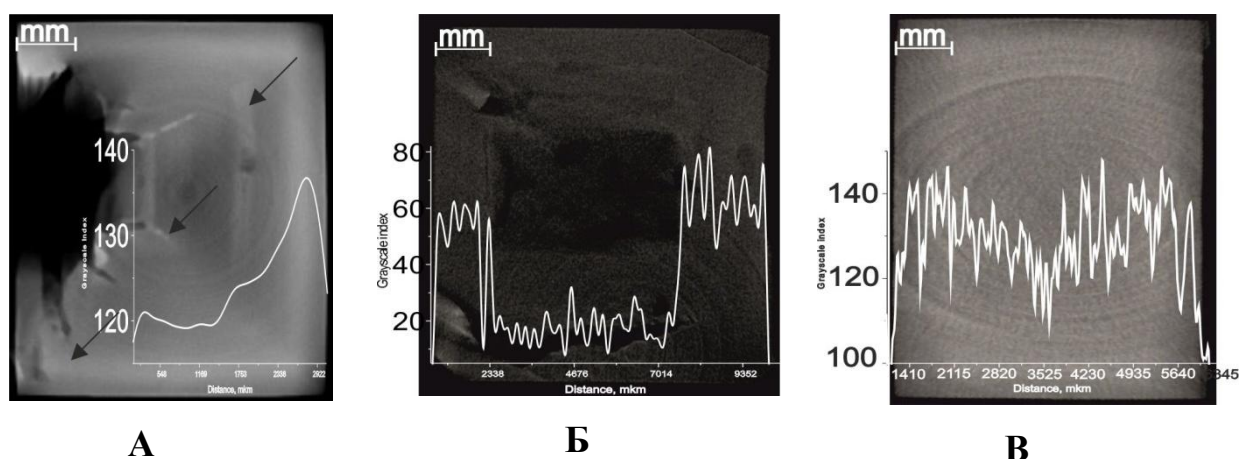


Рис. 2.4.4. Микротомографические сечения кристаллов, выращенных разными методами: *а* – комбинированным методом; *б* – при постоянном переохлаждении; *в* – методом спонтанной кристаллизации.

Рентген–микротомографическое изучение кристаллов $\text{Na}(\text{Cl},\text{Br})\text{O}_3$, осложняется рядом трудностей, связанных с особенностями используемой системы и микротомографа. Так, высокая поглощающая способность и большие линейные размеры кристаллов, малая мощность источника рентгеновского излучения, а так же невозможность задать длительное время экспозиции (более минуты) приводит к размытию зональности кольцевыми артефактами. Сопоставление полученного распределения с теоретически предсказанным (рис. 2.4.5), выявляет другую проблему - несовпадение интенсивностей для теоретической и экспериментально полученной

зональностей. На рисунке 2.4.5 можно выделить три четких экстремума в районе 1200 мкм, 2800 мкм и 5400 мкм (верхняя шкала), с которыми по пространственному положению совпадают экстремумы теоретического изменения химического состава (штриховая линия), при этом интенсивности экстремумов существенно различаются, вплоть до полного нивелирования минимумов концентрации бромата. Такая картина наблюдается для всех кристаллов, выращенных комбинированным методом.

Несовпадение интенсивностей экстремумов мы связываем с тем, что внешняя зона «экранирует» зоны, расположенные ближе к затравочному кристаллу, снижая интенсивность их проявления.

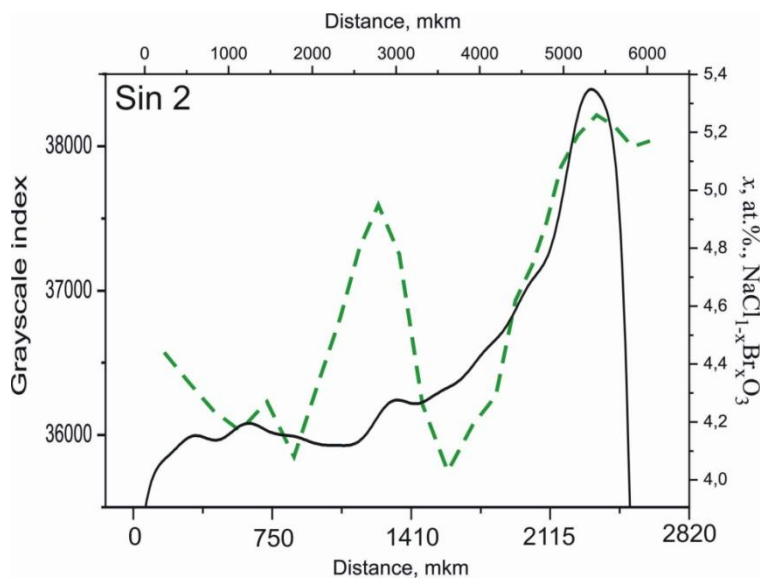


Рис. 2.4.5. Сопоставление теоретического изменения химического состава (штриховая линия, верхняя и правая шкалы) с профилем интенсивности серого (сплошная линия, нижняя и левая шкалы).

Дополнительно, полученные кристаллы были изучены методом оптической микроскопии в призме скрещенных николей при увеличении 35х. При этом наблюдались картины интерференционных окрасок кристалла их интенсивность, расположение и форма. Цвет интерференции и его интенсивность определяют величину напряжений в кристалле.

Оптическое исследование кристаллов, показывает, что интерференционные окраски кристаллов, выращенных комбинированным методом, существенно отличаются от таковых для кристаллов, выращенных

другими методами (рис. 2.4.6). На рисунке 2.4.6 видно, что подобного зонального распределения цветов интерференции не наблюдается в кристаллах, выращенных методом спонтанной кристаллизации и методом микрокристаллизации. В случае резкого снижения температуры, как при спонтанной кристаллизации (рис. 2.4.6 в), интерференционные окраски характеризуются доменным (секториальным) распределением, а их цвета резко изменяются от светло-желтого до ярко-фиолетового, что может быть связано с наличием индукционных граней. В случае постоянного переохлаждения (рис. 2.4.6 б) картины интерференционных окрасок однородные по кристаллу. Таким образом, зональные интерференционные окраски проявлены только у кристаллов, полученных при монотонном снижении температуры (рис. 2.4.6 а).

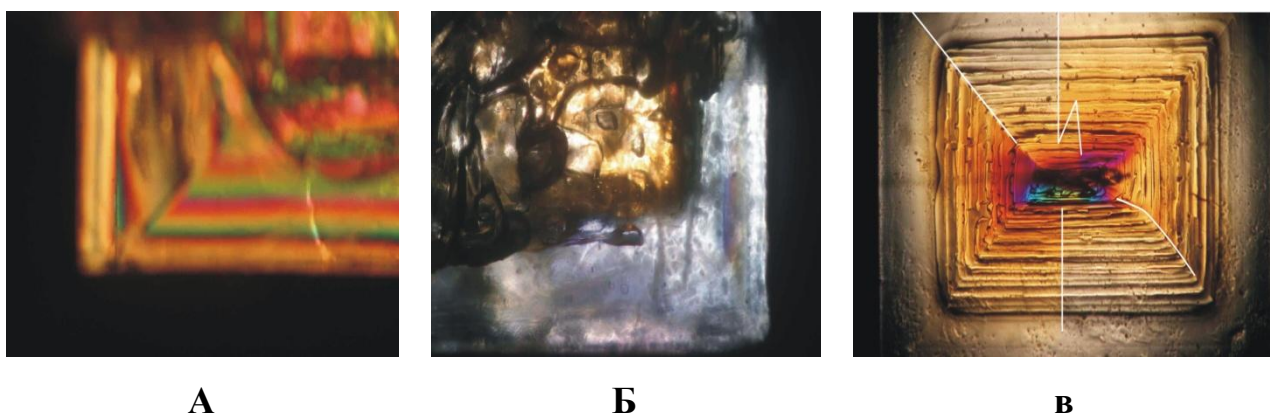


Рис. 2.4.6. Фотографии кристаллов в скрещенных николях, выращенных разными методами: а – методом монотонного снижения температуры; б – при постоянном переохлаждении; в – методом спонтанной кристаллизации (линиями показаны границы доменов с одной интерференционной окраской).

Таким образом, метод рентгеновской микротомографии позволяет получить объемное распределение примеси по образцу, выявить ее зональное распределение, а также сопоставить полученные распределения с предсказанными. В тоже время, имеющиеся экспериментальные трудности требуют использования томографов с более мощным источником, а так же предварительной подготовки образцов для снижения влияния эффекта экранирования.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ (12-05-00876, 10-02-01303).

Бочаров Сергей Николаевич, каф. кристаллографии СПбГУ, снс, к.г.-м.н. Тел.: 739213037533, e-mail: bocharovsergei@mail.ru

2.5. Рентгеновская микротомография для изучения техногенных отходов металлургических производств - шлаков и окатышей

Якушина О.А.¹ Горбатова Е.А.², Ожогина Е.Г.³, Хозяинов М.С.¹

¹Международный университет природы общества и человека «Дубна»

²Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И.

Носова (МГТУ)

³ФГУП «ВИМС» им. Н.М.Федоровского

Снижение техногенной нагрузки на окружающую среду может быть достигнуто сокращением объема отвалов металлургических предприятий за счет вторичной переработки по новым технологиям, обеспечивающим наиболее полное извлечение всех полезных компонентов. Существенный объем промышленных металлургических отходов предприятий России и стран постсоветского пространства, скопившийся в значительных количествах в отвалах «на расстоянии шаговой доступности», является перспективным техногенным сырьем. По некоторым оценкам, при современном уровне развития технологии не менее 9% исходного сырья уходит в отходы, складываемых в виде отвалов, выбрасываемых в атмосферу или в виде промышленных стоков вод. Вторичная переработка лежалых хвостов экономически целесообразна, поскольку не требуются материальные затраты на добычу и транспортировку сырья к месту переработки, их вовлечение во вторичную переработку сократит техногенную нагрузку на окружающую среду. Кроме того, оно может также способствовать решению социальных проблем – загрузки мощностей и занятости кадров в

традиционных горнорудных районах страны, на давно работающих производственных предприятиях.

При прогнозировании технологических характеристик хвостов металлургического передела (например, шлаков) необходимо учитывать их существенные отличия от природных руд по составу и свойствам. Среди специфических особенностей состава и строения – макроскопическая однородность; гранулометрический состав рудных фаз и сложный характер их сростаний как между собой, так и нередко со шлакообразующим материалом, приводящий к образованию неоднородных, часто ультратонких полиминеральных агрегатов; присутствие значительного количества рентгеноаморфных фаз; широко развитый изоморфизм минералов группы шпинелей, которые достаточно часто являются главными рудными минералами.

Впервые были проведены исследования методом рентгеновской микротомографии (РТ) шлаков и окомкованных лежалых хвостов показали, что использование РТ позволяет быстро и эффективно проводить их прогнозную минералого-технологическую оценку, прежде всего для экспрессного выявления содержания и форм нахождения в них полезных компонентов, определяющие целесообразность их вторичной переработки.

Экспериментальные исследования выполнены на отечественном рентгеновском микротомографе ВТ-50-1 «Геотом» («Проминтро», Россия), изготовленном на базе промышленного томографа специально для исследования минеральных объектов. Прибор соответствует требованиям российских регламентирующих документов по аппаратуре неразрушающего контроля и международному стандарту ASTM E1441-11. Условия съемки томограмм: микрофокусный рентгеновский источник РЕИС-150М, рабочее напряжение рентгеновской трубки $U=100$ кВ, ток накала $I=2,9$ А; блок детекторов 8 измерительных каналов со сцинтилляторами CsJ(Na), веерная геометрия, шаг сканирования 3 мкм, рабочее поле съемки до 15 мм в диаметре, использован Al-образец сравнения. Время сканирования с

параллельной обработкой данных 5-10 минут. Предел пространственного разрешения 5 мкм для линейных неоднородностей. Чувствительность к изменению величины линейного коэффициента ослабления рентгеновских лучей (ЛКО) - 1%. Диапазон значений томограммы в шкале условных единиц от -32767 до 32768 в десятичной системе счисления. Анализы выполнялись согласно оригинальной методике РТ-анализа [2] по нормативно-методическим рекомендациям Научного совета по методам минералогических исследований (НСОММИ) МР НСОММИ № 130, 1999 [1].

Приведем примеры практического применения РТ для исследования техногенного минерального сырья. Методом рентгеновской микротомографии исследованы окомкованные хвосты (окатыши) колчеданных руд, установлено, что на томограммах окатыши проявляют порошковатую, пятнистую текстуру и мелкокристаллическую структуру, они сложены 5-6 минеральными фазами, размер которых не превышает в среднем 150 мкм (табл. 2.5.1, рис. 2.5.1). Основная масса окатышей сложена кварцем и мелкокристаллическим пиритом, в которой достаточно равномерно распределены кристаллики сфалерита и халькопирита, размером от 80 до 120 мкм, а также присутствуют пятнистые участки, связанные с мелкими кавернами, выполненными гипсом. Присутствие барита в исследованных образцах не установлено.

В 2-х образцах в весьма незначительном количестве (менее 0,02%) установлены обособленные фазы размером 120X150 мкм, по характеристикам ЛКО (рис. 2.5.1) - металлическая медь. Присутствие металлического цинка или железа не установлено.

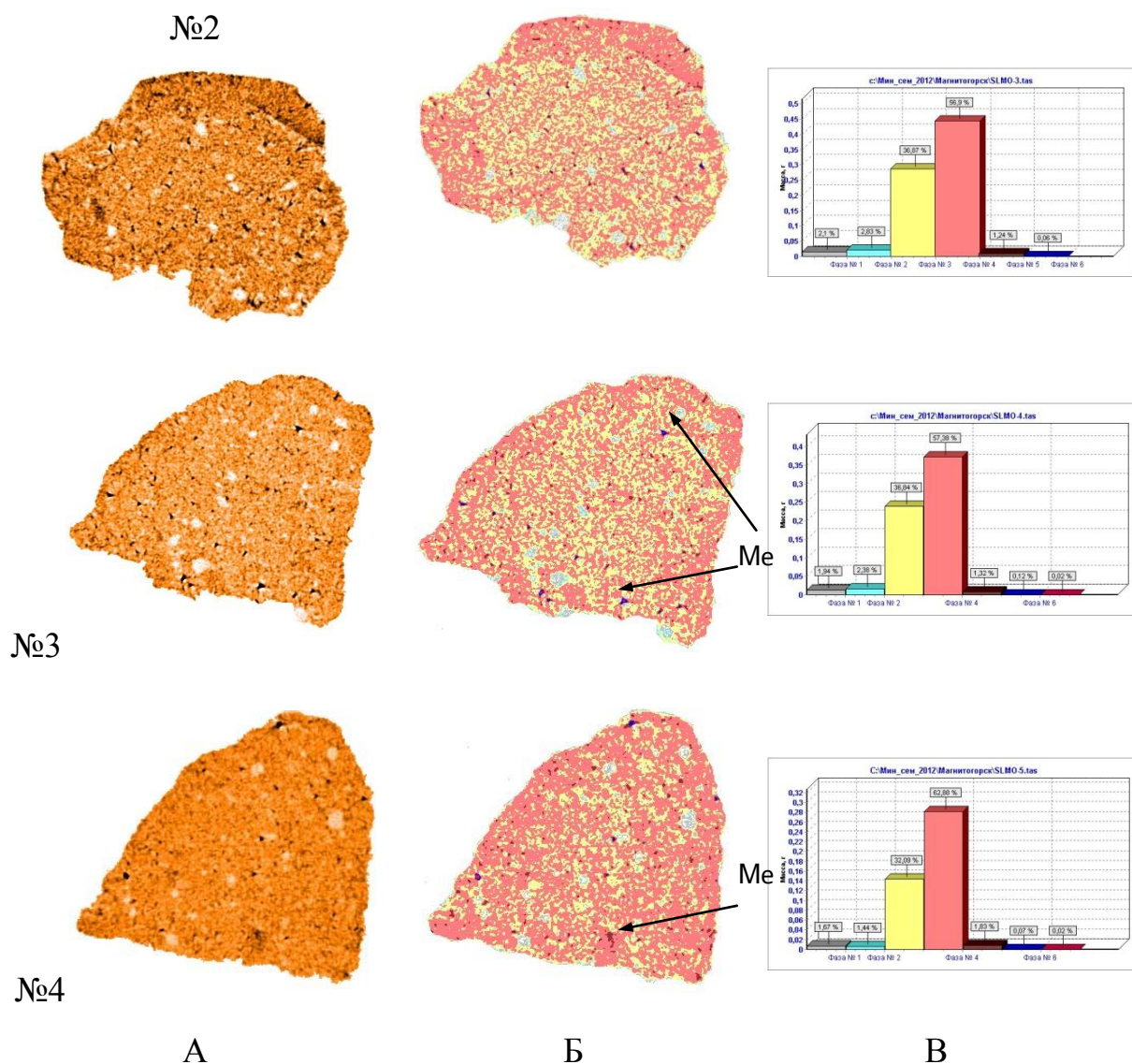


Рис. 2.5.1. Рентгенотомографическое исследование окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд: томограмма (А); обработка по программе TomAnalysis –разделение на фазы (Б) и гистограмма процентного соотношения выделенных фаз (В) (микропоры – серое, гипс – голубое, кварц – желтое, тонкокристаллический пирит – лососевое, сфалерит – коричневое, халькопирит – синее, металл (Cu), показано стрелкой – малиновое).

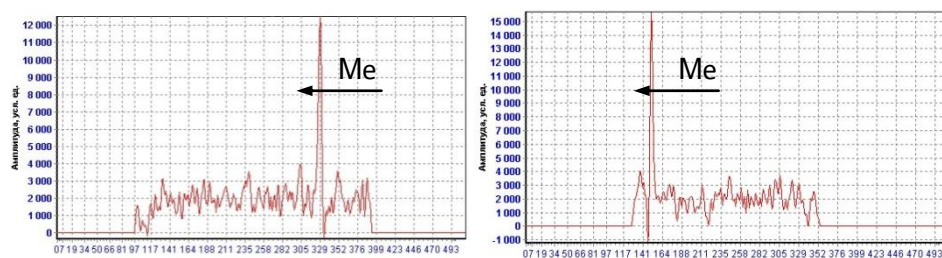


Рис. 2.5.2. Графики распределения амплитуд ЛКО через индивиды металла (Fe, Zn) на рис. 1-2, 1-3.

Таблица 2.5.1

РТ исследование окомкованных хвостов обогащения колчеданных руд

Образец	Выделяемые фазы и $\alpha\alpha$ (АI-образец сравнения)						
1	<0,3	0,8	0,90-1,1	3,8-3,95	5,6-5,7	6,8-7,0	
2	<0,3	0,8-0,9	1,10	3,8-3,95	5,8-5,9	6,9-7,2	
3	<0,3	0,8-0,9	1,04-1,1	3,95	5,7-6,0	7,0-7,5	15,0-15,6
4	<0,3	0,8-0,9	1,0-1,1	3,8-3,95	5,7-6,0	7,1-7,5	15,2-15,6
5	<0,3	0,8-0,9	1,0-1,1	3,8-3,95	5,7-6,2	7,2-7,5	
Содер., %	<5,0%	2,0-5,0%	31,5-37,0%	56,0-63,0%	1,2-2,0%	1,0-1,5%	~0,02%
Цвет рис.	серое	голубое	Желтое	лососевое	синее	Синее	малин.
Минералы	микропоры	гипс	Кварц	пирит	сфалерит	Халькопирит	металл (Cu)

С целью прогноза возможных направлений промышленной переработки было выполнено исследование никельсодержащих шлаков, полученных после электроплавки силикатного сырья. Исследования проводились на материале исходной пробы крупностью более 1 мм, представленном стеклом (95%) серого, серо-черного и зеленовато-серого цвета, в котором неравномерно распределены включения рудных фаз (3%), а также иногда присутствуют зерна кварца, хлорита и талька. Содержание никеля в пробе 0,16%, кобальта 0,031%, железа 16,42%. Было отобрано 8 обломков стекла крупностью ~1 мм, и 2 образца из магнитной фракции для изучения строения основной рудной фазы.

В стекловатой визуально однородной матрице РТ установлены сильнопоглощающие фазы в виде округлых выделений размером 110-120 мкм, их количество не превышает 2-3% (рис. 2.5.2-1, табл. 2.5.2). Размер внутренней зоны составляет 50 мкм, а внешней – 20 мкм. С учетом данных минералогического изучения, внутренняя зона - треворит-магнезиоферрит, в различной степени замещенный промежуточными фазами оксидов железа (внешняя зона).

Агрегат треворит-магнезиоферритового состава размером 1,1 мм характеризуется неоднородным строением (рис. 2.5.2-2), что свидетельствует о присутствии в нем нескольких фаз, отличающихся в основном содержанием железа. ЛКО α_9 основной фазы, представленной магнезиоферритом (матрица агрегата), явно выше, чем стекловатой матрицы и

у стекла (табл. 2.5.2). В магнезиоферрите присутствуют фазы, обладающие большим значением ЛКО, идентифицированные как треворит; отмечаются промежуточные фазы оксидов железа, образовавшиеся в результате замещения основной рудной фазы.

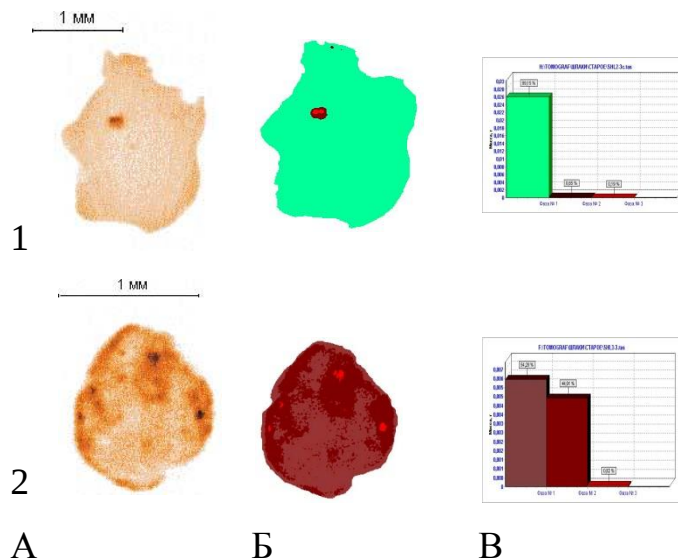


Рис. 2.5.2. Рентгенотомография никельсодержащих шлаков: осколок стекла черного цвета с двойной фазой треворит-магнезиоферрита в ореоле оксидов железа (I) и агрегат треворита бурого-коричневого цвета, содержащий отдельные зерна магнезиоферрита (II). Томограмма (А); обработка по «TomAnalysis» (Б) и гистограмма % соотношения выделенных фаз (В).

Таблица 2

РТ Ni-содержащих шлаков

Объекты	α_z (Cu- _{oc})	α_z (Al- _{oc})
Стекло-I	0.05-0.06	0.70-0.95
Стекло-II (матрица)	0.11-0.12	1.57-1.72
Зональный инд.: внеш. 120 мкм внутр. 50 мкм	0.19 0.20 и 0.24	2.71 2.86 и 3.43
Фаза-1	0.24	3.43
Фаза-2	0.29	4.12
Фаза-3	0.30	4.30
Фаза-4	1.40	20.02

Таким образом, метод рентгеновской микротомографии в исследовании техногенного минерального сырья – металлургических шлаков, окатышей – позволяет выявлять фазовую неоднородность, характер распределения и размер рудных техногенных фаз, их количество в шлакообразующей массе, устанавливать присутствие полезных фаз, давать

экспрессную прогнозную оценку их технологических свойств при вовлечении во вторичную переработку.

Литература

1. Нормативно-методическая документация по аналитическим, минералогическим и технологическим исследованиям // Справочник. Издание третье, дополненное / М.: Федеральный научно-методический центр лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС», 2008.- 152 с.; дополнения 2012 г. М.: «ВИМС». 2012. - 10 с.

2. Ожогина Е.Г., Якушина О.А., Броницкая Е.С., Ануфриева С.И., Хозяинов М.С. Анализ и выбор способов переработки металлургических шлаков // Цветные металлы, 2002, № 8, С. 26-29.

3. Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С. Рентгеновская вычислительная микротомография - неразрушающий метод структурного и фазового анализа // Мир измерений. 2003. № 10. С. 12-17.

Горбатова Елена Александровна, Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова (МГТУ), Заведующая кафедрой Маркшейдерского дела и геологии, к.т.н., доцент. Тел.: 8(3519)298542, e-mail: yak_oa@mail.ru

2.6. μ СТ в изучении полихет: влияние фиксатора на качество изображения

Исайчев Александр Николаевич

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Биологический факультет, кафедра зоологии беспозвоночных

Многощетинковые черви (полихеты) - крупная (около 12000 видов) группа преимущественно морских организмов, имеющая важное практическое и фундаментальное значение. Анатомия массовых видов полихет хорошо изучена методами микроскопии, которые почти всегда

подразумевают нарушение целостности образца (как правило, приготовление микроскопических срезов различной толщины). Однако, некоторые редкие и труднодоступные виды недоступны для инвазионных методов, так как представлены немногочисленными музейными экземплярами. Зачастую в распоряжении исследователя имеются образцы, зафиксированные для конкретной цели таким образом, что изучение их другими методами просто невозможно. Например, образцы, подготовленные для молекулярно-филогенетического анализа или изучения на сканирующем электронном микроскопе, непригодны для изготовления срезов для светового или трансмиссионного электронного микроскопа. В данном случае решением может быть изучение подобного рода редких образцов неинвазионным методом компьютерной микротомографии. Помимо этого, компьютерная микротомография позволяет делать трёхмерную визуализацию анатомического строения животных быстрее и легче, чем особые программы для визуализации серий срезов. Также μ СТ удобно сочетается с традиционными анатомическими методами, позволяя картировать срезы.

Мы выбрали наиболее распространённые способы фиксации полихет и попытались выяснить, какие из них дают лучшие результаты при сканировании томографом.

Материалы и методы. *Сбор и фиксация материала.* Материал был собран на ББС МГУ им. Н.А. Перцова (66° 34' N, 33°08' E). Объектом изучения был выбран многощетинковый червь *Nereis pelagica* Linnaeus, 1758. Определение производилось при помощи определителя «Фауна морей СССР. Т. 106. Многощетинковые черви» (Ушаков, 1972). Было взято 4 образца приблизительно равного размера (2-3 см в длину и до 3 мм в ширину). Для демонстрации возможностей томографии в исследовании музейных образцов были взяты наиболее распространённые методы фиксации. Один червь был зафиксирован 96% этиловым спиртом, как это делают для молекулярно-филогенетических изысканий. Другой образец был помещён в 10% раствор формальдегида на морской воде. Третий выдерживался в жидкости Буэна

(150 насыщенного раствора пикриновой кислоты, 50 мл 40% формалина, 10 мл ледяной уксусной кислоты) 12 часов, после чего тщательно отмывался 70% этиловым спиртом. Наконец, четвёртый был зафиксирован глутаровым альдегидом (2,5% раствор на фосфатном буфере), промыт тем же буфером, выдержан в 1% растворе тетроксид осмия в течение одного часа, промыт буфером и переведён через серию растворов спирта в 70% спирт. Впоследствии все четыре образца были высушены методом критической точки. Все образцы были помещены в полиэтиленовые трубки со средой (спирт или формалин) подходящего размера, герметизированные с обеих сторон парафином.

Сканирование. Параметры сканирования были взяты одинаковые, чтоб отсечь влияние фиксатора от аппаратных факторов. Выбор параметров производился на основе уже имеющихся литературных данных (Dinely et al., 2010). Сканирование производилось при напряжении 60 kV и силе тока 70 μ A.

Обработка данных. На выходе данные представляли собой серию поперечных оптических срезов животного с шагом 2,8 мкм. Для оценки контрастности изображений использовалась программа СТvox, с помощью которой оценивалась рентгеновская плотность (далее – плотность) разных органов животного, соответствующая разным градациям серого цвета на плотностном рентгеновском срезе (далее - срез). Проводилось сравнение плотностей разных органов одного животного, а также сравнение плотностей той или иной структуры у образцов, зафиксированных разными методами.

Результаты и обсуждение. Оказалось, что весьма распространённый метод фиксации формалином даёт неудовлетворительные результаты при исследовании образцов при помощи томографа. Если образец, зафиксированный таким образом, подлежит томографии (например, какой-нибудь уникальный музейный экспонат, не подлежащий анатомированию), его необходимо дополнительно обратимо контрастировать, например, йодистыми соединениями.

Жидкость Буэна, подобно формалину, также не позволяет добиться хороших результатов при томографии. Сам фиксатор даёт сильный фон, и объект в этом случае необходимо особо тщательно отмывать от фиксатора, чтоб избежать попадания его в среду (спирт).

Фиксация 96% спиртом, используемая для исследования животных молекулярными методами, хороша для объектов томографии, т.к. позволяет получить чёткое изображение. В этом случае объект несколько деформируется, но ткани и органы выглядят контрастными при сканировании.

Наилучшие результаты достигались при фиксации животных глутаровым альдегидом и осмием. Такая фиксация распространена для заключения образцов в блок эпоксидной смолы, из которого получают серии срезов. Высокая рентгеновская плотность осмия, связанного с липидами в тканях, позволяет получить наиболее контрастное изображение. Глутаровый альдегид при этом хорошо фиксирует ткани. Таким образом, получается очень чёткая картинка. Даже при сканировании образца, заключённого в блок из эпоксидной смолы, основные детали строения видны довольно хорошо.

При разных способах фиксации разные органы окрашивались более или менее контрастно. Такие различия связаны, видимо, с химической природой разных тканей и, соответственно, фиксаторов. При этом твёрдые структуры (например, хитиновые челюсти, щетинки и кутикула) были хорошо различимы при любых методах фиксации.

Большое влияние на качество полученного изображения оказывает среда, в которую были заключены образцы. Так, высушенные в критической точке образцы были гораздо контрастней, чем их аналоги, содержащиеся в жидкой среде (спирт или формалин). И если в последнем случае контрастность образцов, зафиксированными разными фиксаторами, сильно различалась, то после сушки эта разница стала не так значительна – на всех четырёх исследованных образцах были различимы основные структуры.

Таким образом, мы делаем вывод о том, что компьютерная микротомография вполне пригодна для исследования полихет, зафиксированных всеми наиболее распространёнными фиксаторами. Это обстоятельство открывает новые возможности для изучения редких и уникальных образцов. После исследования на томографе животное может быть подвергнуто изучению любыми другими методами.

Исайчев Александр Николаевич, МГУ им. М.В. Ломоносова,
аспирант, специалист. Тел.: 79250039790, e-mail: i--89@ya.ru

2.7. Использование рентгеновской компьютерной микротомографии для характеристики механизмов повреждения проницаемости нефте/газосодержащих пластов компонентами бурового раствора

Рыжиков Никита Ильич.^{1,2}, Михайлов Дмитрий Николаевич², Надеев Александр Николаевич², Шако Валерий Васильевич²

¹ Московский физико-технический институт; ² Московский научно-исследовательский центр Шлюмберже

Проблема ухудшения свойств нефте/газосодержащих пластов (“повреждения пласта”) под воздействием бурового раствора (или промывочной жидкости) крайне важна, особенно для длинных горизонтальных скважин, так как закачивание большинства из них производится в необсаженном состоянии, то есть без цементированной и перфорированной эксплуатационной колонны.

Буровые растворы представляют собой сложные смеси глины, частиц (размером от нескольких миллиметров до менее одного микрона) и органических добавок (полимеры, поверхностно активные вещества и т.д.), содержащихся в “несущей” жидкости - “основе” бурового раствора, в качестве которой может выступать вода, нефть, или какая-либо синтетическая жидкость.

В процессе бурения и заканчивания скважины под воздействием избыточного давления фильтрат бурового раствора, а также содержащиеся в нем мелкие частицы и глина, проникают в околоскважинную зону пласта и могут вызывать значительное снижение ее проницаемости. Для характеристики этого явления обычно используется термин “повреждение призабойной зоны пласта”, или, просто, “повреждение пласта”.

При эксплуатации скважины часть компонентов остается удержанной в поровом пространстве породы (адсорбция на поверхности пор, захват в поровых сужениях и т.д.), что приводит к существенному различию между фактической и потенциальной (т.е. при отсутствии повреждения) продуктивностью скважины.

Общепринятым лабораторным методом проверки качества бурового раствора является фильтрационный эксперимент. Через извлеченный из скважины образец горной породы (керна) фильтруется буровой раствор, а затем проникший буровой раствор вытесняется пластовой жидкостью. В ходе такого эксперимента замеряется динамика ухудшения и восстановления проницаемости как функция от количества закачанных поровых объемов флюида (буровой раствор или пластовой жидкости). Однако, данный метод позволяет измерить только интегральное дополнительное гидродинамическое сопротивление, возникающее из-за наличия компонент бурового раствора в поровом пространстве.

Глубина проникновения, пространственное распределение и концентрация компонентов бурового раствора, удерживаемых в поровом пространстве после обратной прокачки, представляет собой важную информацию для понимания механизма повреждения пласта и выбора соответствующего метода повышения коэффициента продуктивности скважины за счет минимизации повреждения призабойной зоны пласта. Данные параметры не замеряются в рамках указанной выше традиционной процедуры проверки качества бурового раствора.

Для получения этих параметров необходимо использование дополнительных методов анализа структуры порового пространства, среди которых наиболее универсальным неинвазивным методом является рентгеновская компьютерная микротомография (к примеру, в [1] использовался такой способ оценки повреждения пористого образца). Для исследования образцов горных пород методом рентгеновской микротомографии использовался прибор SkyScan-1172 (Bruker micro-CT, Бельгия). Трехмерная реконструкция изображений проводилась с применением программы NRecon (Bruker micro-CT, Бельгия).

В докладе приведены примеры использования данного метода для анализа распределения остаточных компонент бурового раствора в поровом пространстве, а также для расчета профилей распределения пористости и объемных долей материалов, в том числе привнесенных, в пористой среде.

При обработке результатов рентгеновской компьютерной микротомографии чаще всего используется пороговая сегментация [2], при которой, однако, выбор порога не всегда является физически обоснованным.

Авторами доклада предложен иной подход, основанный на аппроксимации гистограммы градаций серого цвета для микротомографического изображения отдельного сечения с помощью суперпозиции нормальных функций распределения. Метод позволяет рассчитать объемную долю различных веществ в образце, не прибегая к заданию порога *a-priori*.

Если нормализовать гистограмму градаций серого цвета на общее количество составляющих ее пикселей, то полученная функция будет являться функцией плотности вероятности значения серого цвета на выделенном сечении [3].

Такая функция плотности вероятности может быть представлена в виде суперпозиции функций плотности вероятности отдельных подобластей сечения:

$$p(z) = \sum_{i=1}^n w_i p_i(z) \quad (1)$$

здесь z - значение яркости серого цвета, $p(z)$ - функция плотности вероятности от всего сечения изображения, $p_i(z)$ - функция плотности вероятности для i -той подобласти, n - общее число подобластей, на которое разбивается изображение, w_i - весовой коэффициент для i -той подобласти, который равен относительной площади, занимаемой данной подобластью.

Форма гистограммы отдельного материала на сечении рентгеновской компьютерной микротомографии обычно форму нормального распределения (Гауссиана):

$$p(z) = A \exp \left[- \left(\frac{z - B}{C} \right)^2 \right] \quad (2)$$

Суперпозиция (1) с учетом (2) дает возможность рассчитать относительные площади каждой подобласти на сечении, решая обратную задачу:

$$\left| p(z) - \sum_{i=1}^n w_i p_i(z) \right| = 0 \quad (3)$$

Таким образом, гистограмма всего сечения может быть представлена в виде взвешенной суммы гауссианов вида (2), соответствующих отдельным материалам, которые представлены в сечении.

Разработанный метод дополнен моделью переходной зоны между двумя различными материалами. Для четкого выделения материалов, слабо контрастирующих на рентгеновской томографии, применяется фильтр Кувахары [4].

С помощью предложенного метода рассчитаны профили пористости и концентрации привнесенных компонент бурового раствора (глина, частицы

CaCO_3) для искусственных и реальных образцов пористых сред. Проведен анализ распределения глины и частиц CaCO_3 в поровом пространстве.

На примере исследования образца после закачки слабоконцентрированного глинистого раствора, показано, что метод применим для анализа распределения твердых веществ малой концентрации.

Полученные данные представляют важную информацию для понимания механизмов повреждения проницаемости и настройки моделей кольтматации пористой среды.

Результаты, полученные данным методом, хорошо согласуются с макропараметрами (пористость, концентрация), определенными экспериментально. На рисунке 2.7.1 приведен пример профиля концентрации твердой компоненты вдоль керна, после прокачки модельного бурового раствора.

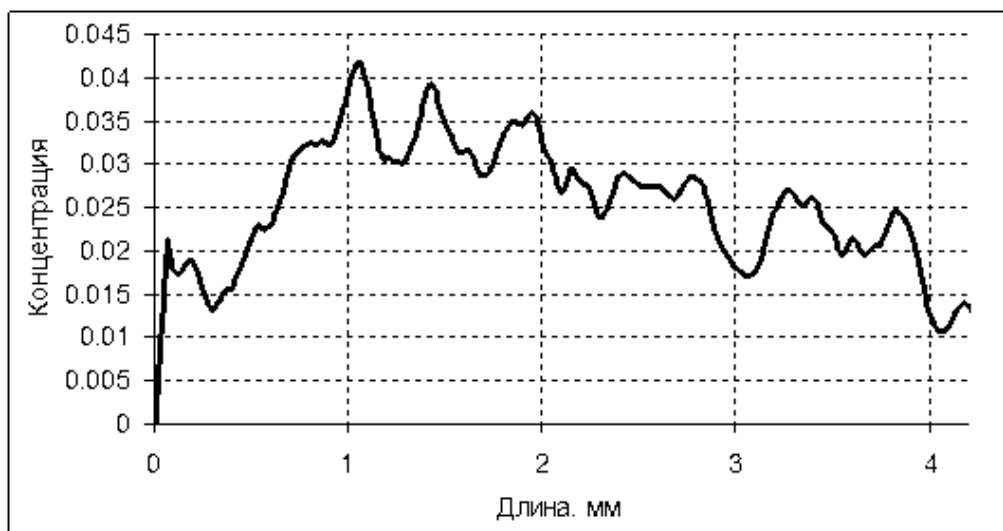


Рисунок 2.7.1. Профиль концентрации твердых компонент бурового раствора вдоль керна.

Литература

1. Al-Abduwani F. A. H. et. all. Filtration of micron-sized particles in granular media revealed by x-ray computed tomography // Review of scientific instruments – 2005 – 76, 103704

2. *Sezgin M., Sankur B.* Survey over image thresholding techniques and quantitative performance evaluation // Journal of Electronic Imaging – 2004 – Vol. 13(1) – pp. 146-165
3. *Gonzalez R.C., Woods R.E.* Digital Image Processing – Addison-Wesley Pub. 1992 – 730 pp.
4. *Kuwahara M.* Processing of ri-angiocardigraphic images // Digital Processing of Biomedical Images – 1976 – pp. 187-203.

Работа выполнена в Московском научно-исследовательском центре технической компании Шлюмберже.

Рыжиков Никита Ильич, МФТИ(ГУ), Московский научно-исследовательский центр технической компании Шлюмберже, аспирант, научный сотрудник, магистр. Тел.: 79636481348, e-mail: nryzhikov@slb.com

2.8. Томографические исследования в российском почвоведении

Иванов Андрей Леонидович, Скворцова Елена Борисовна, Корост Дмитрий Вячеславович, Герке Кирилл Миронович, Абросимов Константин Николаевич, Колокольцев Владимир Владиславович
Почвенный институт им. В.В. Докучаева Россельхозакадемии, Москва

Среди многочисленных объектов томографических исследований особое место занимают почвы. Необычность этого объекта заключается в специфике почвообразования как одного из проявлений жизни на Земле. Естественное формирование почвы происходит в результате взаимодействия живых организмов и геологических пород в условиях местного климата и рельефа в течение длительного времени. Каждый из перечисленных факторов почвообразования вносит свой вклад в пространственную организацию почв и почвенного покрова. Можно перечислить следующие основные особенности естественных и антропогенно-измененных почв,

обуславливающие актуальность трехмерного анализа внутреннего строения объектов в почвоведении.

1. Все факторы почвообразования (за исключением времени) характеризуются пространственной изменчивостью. Благодаря этому почвенный покров Земли исключительно неоднороден и сложен. Так, почвенная карта Российской Федерации (М 1:2,5 млн) насчитывает более 200 почвенных наименований. Большинство почв имеют существенные структурные различия, выраженные в разнообразии размеров, формы, ориентации, взаимного расположения почвенных агрегатов и пор между ними. Томографический метод способен улавливать эти различия и, следовательно, имеет большие перспективы в генетическом почвоведении.

2. Влияние животных и растительных организмов, а также климатических факторов на почвообразующую породу изменяется с глубиной, благодаря чему почва имеет профильную организацию, т.е. закономерное вертикальное изменение свойств и признаков (рис. 2.8.1). В почвоведении принято профильное изучение почв, при этом томографические исследования могут быть использованы для выявления и характеристики порово-агрегатных профилей почвы.

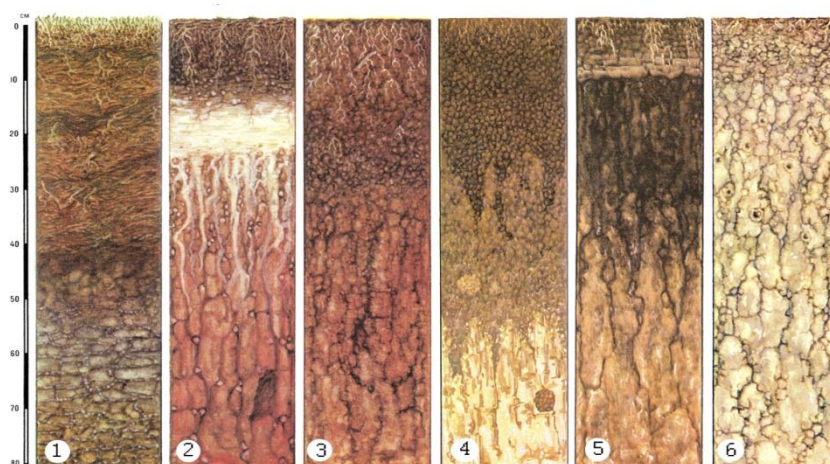


Рис. 2.8.1. Схематические изображения профилей почв: 1 – тундровая болотная; 2 – дерново-подзолистая; 3 – серая лесная; 4 – чернозем типичный; 5 – солонец черноземно-луговой; 6 – серозем (Почвы СССР, 1979г.).

3. Почва является средой обитания многочисленных организмов. В почвенной толще развиваются корневые системы растений, существуют бактериальные и грибные сообщества, проживают почвенные беспозвоночные и мелкие позвоночные животные. Население почвы выполняет многочисленные структурные функции: способствует организации и закреплению почвенных агрегатов, создает биогенные каналы и камеры, формирует специфические биогенные структурные отдельности в виде экскрементов и отмерших растительных и животных остатков (рис. 2.8.2).

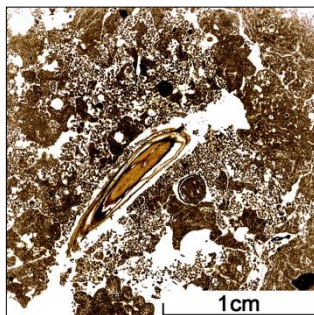


Рис. 2.8.2. Зоогенные агрегаты и растительные остатки в гумусовом горизонте лесной дерново-подзолистой почвы.

Томографический анализ может быть направлен на изучение результатов жизнедеятельности биоты, а также на исследования почвенных организмов как самостоятельных объектов.

4. Будучи пористым полидисперсным телом, почва выполняет гидрологические и газовые функции. В этой области томографические исследования находят самое широкое применение. В частности, перспективна визуализация и моделирование проточного и застойного порового пространства почв и грунтов.

5. Важнейшей функцией почв является осуществление почвенного плодородия. К числу основных факторов, определяющих плодородие почвы, относится ее структурное состояние. Для высокопродуктивных почв характерно рыхлое сложение и комковатая многопорядковая структура. Однако практика ведения сельского хозяйства постоянно сталкивается с

процессами деградации почвенной структуры, вызванной как естественными, так и антропогенными причинами. Трехмерная визуализация и количественная морфологическая оценка почвенных агрегатов и пор являются актуальным методом диагностики, оценки и мониторинга физического состояния пахотных почв.

При безусловной актуальности томографических исследований в почвоведении проведение этих работ сталкивается с рядом методических проблем, вызванных особенностями состава, строения и расположения почвы в пространстве.

Важная проблема заключается в поликомпонентности почвенной массы. Помимо агрегатов и порового пространства почва содержит множество различных новообразований и включений, имеющих большое диагностическое значение. К ним относятся аккумуляции глины, органического вещества, тяжелых металлов, солей, растительных остатков и др., а также педо- и литореликты и антропогенные включения. В отличие от порового пространства многие из этих структурных элементов слабо выделяются в рентгеновских теневых проекциях. Для контрастирования почвенных новообразований и включений могут понадобиться специальные режимы съемки и обработки изображения.

Другая существенная проблема связана с поверхностным залеганием большинства почв. Непосредственный контакт с атмосферой обуславливает временную изменчивость температуры и влажности почвенной массы. В дополнение к пространственному варьированию почвенной структуры ее временная динамика может повлиять на представительность образцов и достоверность полученных результатов.

Несмотря на упомянутые и другие возможные проблемы томографические исследования в почвоведении находят все большее применение. В настоящее время за рубежом с помощью томографов измеряют общую пористость почвы, ее объемную плотность и влажность (Pires et al., 2010; 2011), изучают влияние циклов изменения влажности на

структуру почвы (Pires et al, 2007), оценивают изменение плотности почвы вокруг семян в процессе развития всходов (Pires et al, 2010). Анализ объемной плотности и общей структуры почвы и пор применяют для описания различных почвенно-генетических условий, например, в почвах рисовых полей (Sander et al, 2008), на пашне и охранных полосах (Udawatta, Anderson, 2008), а также для изучения влияния сельскохозяйственного использования, в том числе уплотнения почвы (Kim et al, 2010). С помощью трехмерных данных делают выводы о наличии в почве предпочтительных проводящих путей (Luo et al, 2008, 2010, Mooney, Morris, 2008), наблюдают морозное изменение структуры почвы (Torrance et al, 2008), проводят мониторинг миграции загрязняющего вещества в почве (Goldstein et al, 2007), оценивают деформационные процессы в почвах и грунтах (Piñuela et al, 2010).

В России томографические исследования почвы начаты в 2011 г. в лаборатории физики почв Почвенного института имени В.В. Докучаева Россельхозакадемии. Работы проводятся в тесном научном контакте с Геологическим факультетом МГУ им. М.В. Ломоносова. К настоящему времени на микротомографе SkyScan 1172 с разрешением 15,8 мкм получены трехмерные изображения почвенной структуры и порового пространства в гумусовых горизонтах дерново-подзолистой и серой лесной почвы, визуализированы морфологические особенности комковато-порошистой и комковато-зернистой структуры суглинистых почв (рис. 2.8.3). Исследовано строение основных генетических горизонтов дерново-подзолистой суглинистой почвы центра Русской равнины, показаны профильные изменения порового пространства, в том числе различия между покровным суглинком и почвенными горизонтами (Корост и др., 2012). Начаты методические работы по детальному сравнению томографического и шлифового методов исследования микростроения почвы (Лебедев и др., 2012). Результаты исследований были доложены на Международной конференции по педометрике Pedometrics-2011, Чехия, г. Прага, 31 августа-2

сентября 2011 г., на Генеральной Ассамблее Европейского Геонаучного Союза (EGU-2012), Австрия, Вена, 22 - 27 апреля 2012 г., на 4-м Международном конгрессе Eurosoil 2012, Италия (Бари), 1 - 7 июля 2012 г.

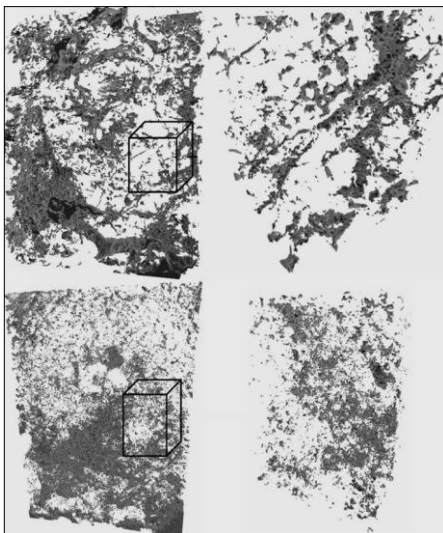


Рис. 2.8.3. Трехмерная визуализация порового пространства в гумусовых горизонтах серой лесной (верхняя часть рисунка) и дерново-подзолистой (нижняя часть рисунка) почв (Герке и др., 2012).

В Почвенном институте им. В.В. Докучаева планируется дальнейшее развитие томографических исследований почвы для решения множества теоретических и прикладных задач, в том числе для:

- формирования базы морфометрических данных о строении почв России;
- разработки классификации и диагностики структурного состояния почв;
- математического описания и моделирования почвенной структуры;
- анализа и моделирования физических процессов в почвах: оструктурирования, набухания-усадки, промерзания-оттаивания;
- анализа биологических процессов в почвах: распространения корней, зоогенного агрегирования, жизнедеятельности почвенной мезофауны;
- определения гидрофизических свойств почв в микро- и макромасштабах;

- определения связи между строением почвы и процессами влаго- и массопереноса, анализа предпочтительных проводящих путей и их влияния на транспортные свойства почвогрунтов;

- экспресс диагностики и мониторинга структурного состояния почвы и ее гидрофизических свойств для целей землепользования;

- диагностики физической деградации почв;

- моделирования стока удобрений и пестицидов, перемещения почвенных растворов;

- составления атласа агрегатных почвенных структур для целинных, пахотных, залежных земель;

- визуализации морфологического строения почвы с демонстрационными целями (в том числе для целей образования);

Приоритетными направлениями исследований являются анализ, моделирование и мониторинг строения и функциональных свойств почв в зависимости от их генетических особенностей.

Исследования будут проводиться с учетом различных уровней структурной организации почвы:

1. Уровень почвенного покрова.

Исследование пространственной изменчивости почвенной структуры в связи с вертикальной и горизонтальной неоднородностью почвы.

2. Профильный уровень.

Развитие представлений о профиле порового пространства почвы как генетически обусловленной вертикальной последовательности различных форм порового пространства, отражающих структурное состояние горизонтов и морфонов почвы.

3. Горизонтный уровень.

Исследование специфики морфологических и физических свойств почвенной массы в генетических почвенных горизонтах, а также в

пограничных зонах почвенного профиля: при резкой смене гранулометрического состава, на контакте подстилки и минеральной части почвы, в переходных горизонтах AEL, BEL, корковых горизонтах и др.

4. Агрегатный уровень.

Исследование морфологических и физических свойств структурных отдельностей, в том числе внутриагрегатного порового пространства, для целей диагностики почвенной структуры; для моделирования процессов агрегатообразования; для анализа процессов набухания-усадки почвенной массы и др.

5. Уровень элементарных почвенных частиц и микроагрегатов.

Исследование специфики агрегатообразования и локального перемещения почвенных растворов в песчаной, супесчаной, суглинистой и глинистой среде.

Для изучения различных уровней структурной организации почвы особенно ценна возможность томографического анализа почвы при разных масштабах: 1) в образцах размером в несколько сантиметров с разрешениями до 1 мкм на микротомографах, и 2) в образцах размером до метра с разрешениями до сотен мкм на медицинских и петрографических томографах. Качественное описание и совмещение данных о структуре пористых тел при различных масштабах возможно с помощью методов статистической физики.

К числу ближайших задач проводимых в институте томографических исследований относятся:

- визуализация порово-агрегатного строения модельных образцов пород и почв;
- определение диагностических показателей строения пор и агрегатов в 2D и 3D изображениях, первостепенных для характеристики и прогноза физических свойств почвы;
- моделирование гидрофизических свойств по микротомографическим данным численными методами;

- разработка методов описания структуры почвы и расчета ее свойств с помощью точных пределов на основе корреляционных функций;
- разработка численных методов анализа структурных различий с помощью теории локальной пористости.

Скворцова Елена Борисовна, ГНУ Почвенный институт им. В.В. Докучаева Россельхозакадемии, заведующий лабораторией физики почв, доктор сельскохозяйственных наук. Тел.: 89161844959, e-mail: eskvora@mail.ru

2.9. Использование рентгеновской микротомографии при изучении нефтегазоносных комплексов востока тимано-печорской провинции

Журавлев Андрей Владимирович

Фгуп «ВНИГРИ»

В последнее десятилетие рентгеновская микротомография стала широко использоваться в различных областях геологии – от изучения магматических пород до исследования палеонтологических объектов.

Цель данной работы – оценить целесообразность применения рентгеновской микротомографии для всестороннего изучения разрезов осадочных толщ, в частности – нефтегазоносных комплексов среднего-верхнего палеозоя Тимано-Печорской провинции. Несомненное преимущество микротомографического метода состоит в возможности разнопланового исследования одного и того же образца без его разрушения, что особенно важно при работе с керновым материалом.

Для микротомографических исследований использовались образцы, отобранные из средне- и позднепалеозойских отложений востока Тимано-Печорского осадочного бассейна, Западного склона Урала и Пай-Хоя. Часть образцов изучалась на экспериментальном рентгеновском микротомографе (лаборатория микропалеонтологии ВНИГРИ, С.-Петербург), а часть – на

микротомографе Skyscan 1174 (Горный Институт, С.-Петербург). Результаты, полученные на различных приборах с различным пространственным разрешением (от 20 мкм до 6 мкм) и напряжением источника (от 50 КВ до 90 КВ), позволили оперативно решить широкий спектр задач:

- определение общей и открытой пористости, морфологии пустотного пространства и оценка проницаемости;
- определение пространственного распределения минеральных агрегатов с контрастной по отношению к матриксу рентгеновской плотностью;
- визуализация микротекстурных особенностей образцов горных пород;
- поиск и диагностика фосфатных микрофоссилий (конодонтные элементы) в породе без ее дезинтеграции.

Анализ полученных результатов позволил сформулировать некоторые выводы. Для оперативной оценки фильтрационно-емкостных свойств (ФЕС) пород достаточно микротомографических исследований с невысоким пространственным разрешением (около 20 мкм). При этом используется пороговое значение рентгеновской плотности (около -800 ед. Хаунсфилда) для выделения пустотного пространства. Морфология пустотного пространства может быть визуализирована в виде трехмерных изображений или серии сечений. Данные о морфологии пор и величине открытой пористости позволяют расчетным способом осуществлять оценку проницаемости, и, таким образом, получать основные ФЕС породы. Недостаток этого метода заключается в небольших объемах исследуемых образцов (как правило, меньше стандартного образца на определение ФЕС). Однако достоверность получаемых результатов достаточно высокая – тестирование рентгенотомографического метода на эталонных образцах (любезно предоставлены ОАО НПЦ «Тверьгеофизика»), изученных традиционными методами определения ФЕС, показало хорошую сходимость значений пористости и проницаемости.

Литолого-петрографическая интерпретация результатов рентгеновской микротомографии требует индивидуального подхода к каждому образцу, и на протестированном оборудовании не может быть массовым методом исследования. Рентгеновская плотность минеральных агрегатов зависит не только от вещественного состава, но и от структурных характеристик. Так в глинисто-карбонатных породах отмечена слабо выраженная тенденция к снижению рентгеновской плотности при увеличении содержания нерастворимого остатка от 0 до 50% и резкое увеличение рентгеновской плотности в аргиллитах с незначительным содержанием карбонатного вещества. Рентгеновская плотность кремнистых пород сильно зависит от содержания карбонатной и глинистой примеси – любые примеси значительно (в 1,5-2,5 раза) повышают рентгеновскую плотность. На рентгеновских томограммах хорошо опознается терригенная (кварцевая, алевроит-песчаной размерности) примесь в карбонатных породах. Кварцевые зерна хорошо отличаются от карбонатного и глинисто-карбонатного матрикса по низкой рентгеновской плотности. При этом появляется возможность определение содержания и гранулометрического анализа терригенной примеси без дезинтеграции образца.

Микротекстурные исследования образцов осадочных горных пород наиболее эффективны для глинисто-кремнистых и кремнисто-карбонатных разностей с высоким контрастом состава и рентгеновской плотности слоев. В частности, рентгенотомографическим методом возможно наблюдение визуально трудно диагностируемых текстур в дистальных кремнисто-глинисто-карбонатных турбидитах и глинисто-кремнистых глубоководных отложениях.

Комплексное рентгенотомографическое изучение более 100 образцов из ключевых разрезов верхнего девона - нижней перми северо-востока ТПП, Приполярного Урала и Центрального Пай-Хоя позволило установить зависимость ФЕС от генетического типа породы. Основное внимание было уделено отложениям доманиково-турнейского и верхневизейско-

нижнепермского нефтегазоносных комплексов. Полученные данные позволяют предполагать, что наибольшими значениями общей и открытой пористости обладают глубоководные отложения (карбонатные турбидиты и фоновые кремнисто-глинистые породы) – средняя общая пористость 11-15%, открытая – 4-11%. На втором месте стоят породы органогенных построек – средняя общая пористость 10%, открытая – 2%. Наименьшими значениями пористости обладают мелководные активноводные отложения – средняя общая пористость 5%, открытая – 0,5%. Первичная (обусловленная открытой пористостью) проницаемость у всех рассмотренных генетических типов отложений не превышает 10 мД.

Кроме петрофизических и литологических исследований, рентгеновская томография позволяет осуществлять некоторые виды микропалеонтологического изучения образцов. Проведенное тестирование показало, что микропалеонтологические исследования эффективны при изучении фосфатных органических остатков и фоссилий, подвергшихся замещению сульфидами в кремнистых и карбонатно-кремнистых породах. Так конодонтовые элементы, представляющие собой органоминеральные наноконпозиты на основе фосфата кальция, хорошо выделяются на рентгеновских томограммах в кремнистых и глинисто-кремнистых породах, и неуверенно – в карбонатных и карбонатно-глинистых. Наиболее перспективно изучение конодонтовых элементов рентгенотомографическим методом в кремнистых и глинисто-кремнистых породах, поскольку другие методы в этом случае малоэффективны. При пространственном разрешении томограмм 6 мкм (обеспечивается микротомографом Skyscan 1174) возможна родовая и видовая диагностика конодонтов, как по морфологии элементов, так и по особенностям распределения параламеллярной ткани, имеющей высокую рентгеновскую плотность. Томограммы с пространственным разрешением ниже 10 мкм не позволяют проводить таксономическую диагностику конодонтовых элементов, заключенных в породе, однако

пригодны для изучения распределения твердых тканей в выделенных из породы элементах.

Таким образом, наиболее целесообразно применение рентгеновской микротомографии для оперативного (без сложной пробоподготовки) получения ФЕС образцов, диагностики микротекстурных особенностей глинисто-кремнистых и кремнисто-карбонатных отложений, а также получения микропалеонтологической характеристики глинисто-кремнистых пород. Несомненным преимуществом является возможность использования одного образца для всех видов анализа.

Журавлев Андрей Владимирович, Лаборатория микропалеонтологии ВНИГРИ. Тел.: +7 921 791 91 49, e-mail: micropalaeontology@gmail.com

2.10. Лабораторная микротомография на монохроматическом рентгеновском излучении

Асадчиков Виктор Евгеньевич, Бузмаков Алексей Владимирович, Золотов
Денис Александрович, Осадчая Анна Сергеевна

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки институт
кристаллографии им. А.В. Шубникова российской академии наук, Москва,
Россия

Метод рентгеновской компьютерной томографии в настоящее время является одним из основных диагностических методов в медицинских исследованиях. Сам принцип томографического исследования основан на получении пространственной информации о структуре объекта по набору рентгеновских изображений объекта, при различных углах его расположения относительно источника и детектора.

Для проведения томографических исследований важно правильно выбрать характеристики применяемого в экспериментах рентгеновского излучения. Они должны быть таковы, что с одной стороны, объект с

размерами 0.001-10 мм не стал бы для нас совершенно непрозрачным, а с другой стороны, поглощение в образце было бы все же существенным даже для таких мягких биологических тканей, как эпителиальные покровы. Например, показатель поглощения белка для фотонов с энергией $E=8$ кэВ ($\lambda=1.5$ Å) — порядка 1 мм^{-1} . Стало бы, излучение с такой энергией хорошо подходит для исследования биообъектов размером несколько миллиметров.

Более того оптимальной для исследования биологических объектов размером 1-10 мм можно считать область, где контраст, определяемый как соотношение поглощения рентгеновского излучения внутренними объектами и поглощения окружающей среды (воды), равен 0.2-0.8. Этому условию как раз и соответствует излучение с длинами волн 1.5-4.0 Å. При этом разумным представляется использование максимально длинноволнового излучения, для которого, однако, объект ещё является прозрачным [2].

Отметим, что в современных медицинских и лабораторных томографах [1] используется жесткое тормозное рентгеновское излучение (максимум интенсивности на длине волны ~ 0.2 Å) с широким спектральным распределением. Применение такого жесткого излучения обусловлено тем, что оно слабо взаимодействует с биологическим объектом и потому относительно безопасно. С другой стороны, по этой же причине контраст между различными типами биологических тканей мал. Следует так же отметить, что и само значение коэффициента линейного ослабления (μ) для этих тканей не удастся восстановить, поскольку волны разной длины в широком спектре зондирующего излучения ослабляются по-разному.

Укажем, что применение очень жесткого немонахроматического излучения, безусловно, оправдано в дефектоскопии неорганических материалов.

Если же размеры исследуемых объектов из неорганических материалов порядка миллиметра, либо когда исследуются органические, и в частности биологические объекты больших размеров, использование жесткого рентгеновского излучения с широким энергетическим спектром,

является, на наш взгляд, в большинстве случаев, недостаточно информативным.

Подробно преимущества применения монохроматического рентгеновского излучения в указанном диапазоне длин волн для рентгеновской томографии рассматриваются в [2].

Описаны возможности рентгеновской микротомографии с использованием монохроматического излучения и перспективы применения этого подхода.

Показано, что с использованием традиционных рентгенооптических схем можно достичь разрешения порядка 1-10 мкм, при поле зрения порядка 1-20 мм. Применение увеличивающих рентгенооптических элементов позволяет повысить разрешение вплоть до одного микрона при уменьшении поля зрения.

В работе представлены результаты исследования строения ряда объектов органического происхождения. В частности обсуждается влияние микрогравитации на особенности строения опорно-двигательного аппарата геконов. Продемонстрированы отличия строения эпифизов головного мозга человека в норме и при некоторых патологиях. Кроме того показаны возможности метода для неразрушающего контроля изделий микроэлектроники и изучения внутреннего строения полезных ископаемых на примерах природных алмазов и нефтяных песков.

Литература

[1] <http://www.skyscan.be>

[2] В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Д.А. Золотов и др. Лабораторные рентгеновские микротомографы на монохроматическом излучении. Кристаллография, 2010. т. 55. № 1. с. 167–176.

Асадчиков Виктор Евгеньевич, Институт кристаллографии РАН, Зав. лаб., д.ф.-м.н., проф. Тел.: +7(499)135-22-00, e-mail: asad@crys.ras.ru

2.11. Прогноз обогатимости углей методами оптической микроскопии и рентгеновской микротомографии

Якушина О.А.¹ Е.Г. Ожогина², Кривошеков Н.Н.², Хозяинов М.С.¹

¹Международный университет природы общества и человека «Дубна»;

²ФГУП «ВИМС» им. Н.М.Федоровского

Прогнозная оценка качества углей и разработка эффективных технологий их обогащения и передела невозможны без детального изучения как мацеральной, так и минеральной составляющей углей, которая в первую очередь отвечает за зольность и сернистость, а также определяет экологические характеристики и качество угля. Содержащаяся в углях сера при технологическом использовании ухудшает качество продуктов переработки: кокса, смолы, газа и т.д.; при сжигании углей поступает в атмосферу, негативно влияя на окружающую среду.

Оценка обогатимости углей обычно проводится методом фракционного анализа (ГОСТ 4790-93),, который является довольно трудоемким, затратным и длительным: необходимо проводить расслоение проб целого ряда различных классов крупности на фракции в жидкостях разной плотности. Известна методика определения степени обогатимости углей петрографическим методом (ГОСТ 18384-73) - требует предварительного изготовления искусственных аншлифов-брикетов. Методы углепетрографии [Петрология углей, 1978] эффективны не столько для оценки качества угля, но для изучения возможности удаления/концентрирования зерен минералов методами обогащения, причин неожиданного поведения угля или неудовлетворительных выходов.

Накопленный нами значительный опыт минералого-технологической оценки минерального сырья, в т.ч. энергетических углей ряда месторождений России, показал, что оценку их качества можно проводить комплексом методов - оптико-минералогическим и рентгенотомографическим анализом определяют: количество, соотношение групп микролитотипов, наличие

органоминеральных сростков, зольность; оптико-геометрическим анализом устанавливают распределение сульфидной минерализации, средний размер зерен сульфидов (пирита), класс крупности их раскрытия. Затем по данным параметрам, аналогично петрографическому методу, определяется прогнозная степень обогатимости исследуемых углей. Морфоструктурный анализ углей включает определение мацерального и минерального состава, характера распределения и взаимоотношение минералов с форменными микрокомпонентами, гранулометрического состава минералов и их морфометрических параметров – по этим данным характеризуют предел обогатимости, класс раскрытия, зольность, наличие вредных примесей в углях, что, в конечном итоге определяет качество угля и, в совокупности, позволяют получать полную и всестороннюю информацию, необходимую для создания рентабельных схем обогащения.

Принимая во внимание, что РТ анализ не требует специальной подготовки образцов и на результаты не оказывает влияния влажность образца (углей), вначале проводят РТ, отбирают образцы на изготовление полированных шлифов для дальнейших исследований методами оптической микроскопии. Последние проводятся не менее чем для двух образцов из каждой пробы в двух взаимно перпендикулярных сечениях. Степень метаморфизма углей (при необходимости) определяется по показателю отражения витринита ($R_o, \%$) в масляной иммерсии.

Рентгенотомографическим методом устанавливают: мацеральный и минеральный состав (количественный), прогнозную общую пористость, наличие органоминеральных сростков, их количество, морфоструктурные характеристики породообразующей части углей, гранулярный состав зерен сульфидов, прогнозную зольность как суммарное количество минеральных примесей и зольности органоминеральных сростков.

Методами оптической микроскопии устанавливают: мацеральный и минеральный состав (количественный), присутствие форменных микрокомпонентов и их количество, наличие, размеры, тип

органоминеральных сростков и их количество по типам, морфоструктурные характеристики пороодообразующей части углей, минеральные примеси разделяют на группы: сульфиды, кварц, карбонаты, глинистые минералы и проч., определяют характер распределения и взаимоотношение минералов с форменными микрокомпонентами, морфометрические характеристики.

Оптико-геометрический анализ проводится для сульфидов (пирита), определяют: морфометрических характеристик минеральных примесей и органоминеральных сростков, гранулярный состава минеральных примесей, в том числе средний размера зерен сульфидов (пирита), степени раскрытия минералов, прогнозную зольность как суммарное количество минеральных примесей и зольности органоминеральных сростков.

Минералогические критерии обогатимости углей:

- тип и соотношение групп микролитотипов; присутствие органоминеральных сростков и форменных компонентов; количественное соотношение мацериальной и минеральной составляющих углей; состав минеральной составляющей углей – количество минеральных примесей по группам; формы нахождения а) серы и фосфора б) промышленно ценных и вредных компонентов, в т.ч. определяющие качество углей;

- морфоструктурные характеристики минералов углей: а) массовый гранулярный состав минералов, определяющий крупность измельчения углей, при которой может быть достигнуто максимальное раскрытие конкретных пороодообразующих минералов, б) морфометрические характеристики минералов, определяющие степень раскрытия органоминеральных сростков; и)

- присутствие сульфидов (пирита), их гранулярный состав и основные классы раскрытия;

- общая прогнозная зольность, в % (сумма форменных элементов и минеральных примесей).

В результате по данным о группах микролитотипов, наличии и типу органоминеральных сростков, прогнозной зольности, применяя

минералогические критерии и данные опорных таблиц (ГОСТ 18384-73) дается прогноз о степени обогатимости испытуемых углей.

В качестве примера приведем исследование энергетических каменных углей Хакассии с целью их типизации, изучения минеральной составляющей (зольность, сернистость) и прогнозной оценки обогатимости. По данным РТ анализа - значению линейного коэффициента ослабления рентгеновских лучей (ЛКО) и морфоструктурным картинам на томограммах - угли подразделяются на три группы (рис. 2.11.1-II, табл. 2.11.1, что согласуется с данными оптической микроскопии (рис. 2.11.1-I): дюрено-клареновые, дюреновые и клареновые.

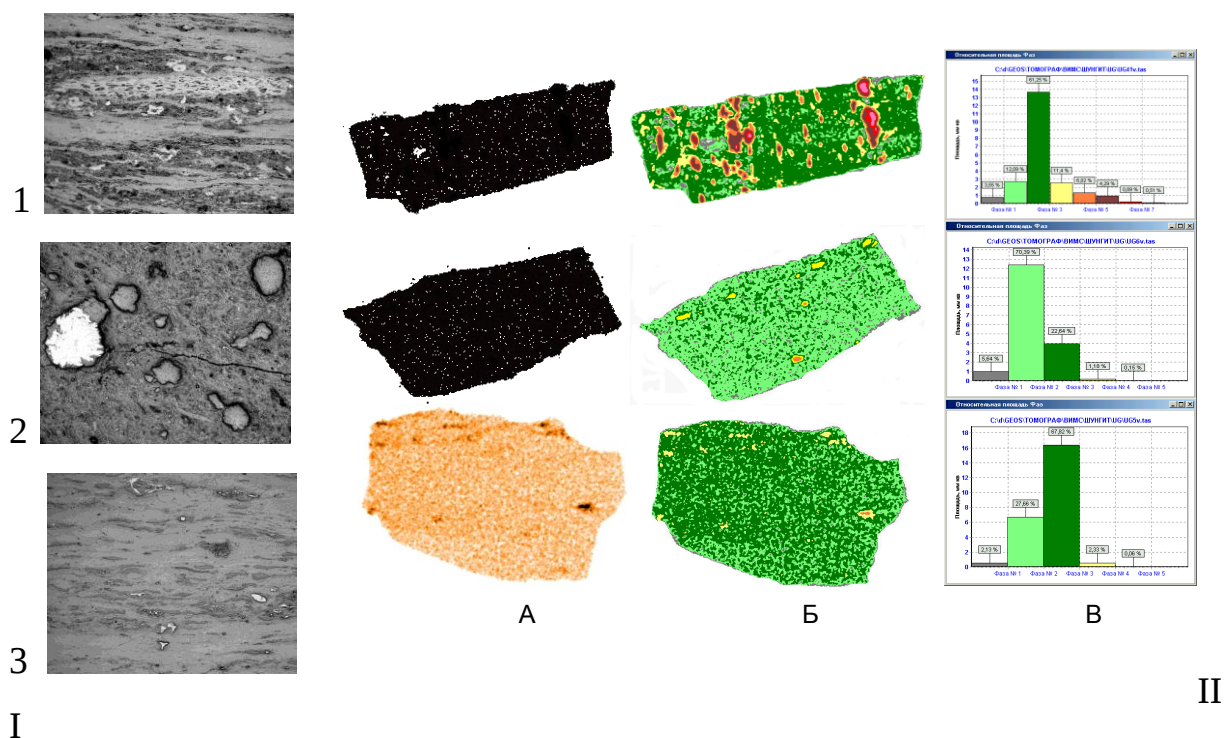


Рис. 2.11.1. Микроструктурные особенности углей, Хакаское месторождение: 1- неоднородного дюрено-кларенового с высоким содержанием минеральных примесей, в т.ч. сидерита и пирита; 2 дюренового, псевдоморфоза марказита (белое) по сидериту,; 3 - однородного кларенового, включение микрокомпонентов группы экзинита в основной гелифицированной массе (элемент кутикулы с характерным зубчатым строением), фрагмент макроспоры и включения сидерита. I – Оптическая микроскопия. Отр. св., ув.700, поле зр. 675x540 мкм, и II – Рентгенотомография, А - томограмма, Б - обработка по «TomAnalysis», В - гистограмма % соотношения фаз, к табл. 1.

Таблица 2.11.1

РТ исследование ископаемых углей (Хакасское месторождение)

Тип угля	Выделенные фазы, их α_z (Al-образец сравнения) и содержание, в %							
Дюрено-клареновый	<0,15	0, 22-0,25	0,32-0,45	0,53-0,56	–	0,96-1,20	2,20-2,29	3,9
	5%	10%	60%	7-9%		10%	5%	0,5%
Дюреновый	<0,15	0,19-0,21	0,49-0,59	–	0,89-0,95	1,18	2,19	–
	<0,15	0,17-0,18	0,23-0,31	–	0,71-0,94	–	2,14	–
	<0,15	0,17-0,20	–	0,45-0,48	–	–	–	–
	<0,15	0,2-0,23	–	–	–	–	–	–
	<0,15	0,2-0,22	0,37-0,40	–	0,90	–	–	–
	5-14%	58-90%	1-2%		0,1-3%	0,1-0,2%	0,1-0,2%	
Клареновый	<0,15	0,17-0,19	0,21-0,28	0,56-0,59	–	–	–	–
	2%	28%	68%	2%				
Минералы, мацералы	поры, микро-трещины	Мацералы		минеральные примеси				
		витринит, инертинит и экзинит	микрок-ты группы витринита	слоистые алюмосиликаты	кварц	кальцит	Сидерит	сульфиды

Таблица 2.11.2

Гранулярный состав основных минералов-примесей в угле, расчет по «TomAnalysis»

Минерал	Содержание, %	Размерность, мм		
		мин.	средн.	макс.
Сульфиды	0,005	68	106	657
сидерит	0,05	27	63	597

По РТ достаточно четко однородные по структуре угли разделяются на дюреновые и клареновые типы, установлено 5 минеральных фаз, в том числе слоистые алюмосиликаты, карбонаты и пирит – главная примесь, отвечающий за присутствие и количество серы в углях.

В результате прогнозной оценки качества установлено: 1-ая группа микролитотипов; средняя зольность однородных дюреновых и клареновых углей не превышает 2,35-3,0%, тогда как у неоднородного дюрено-кларенового угля составляет 25-27%. Значимые минеральные примеси – пирит и сидерит. Средняя степень обогатимости, приближающейся к легкой.

Прогнозная оценка обогати бурых углей Кузнецкого бассейна. По органолептическим характеристикам угли отнесены к витрен-клареновому литотипу, В отраженном свете). наблюдалась основная бесструктурная гелифицированная органическая масса (рис. 2.11.3), практически утратившая следы растительного происхождения, в которой в подчиненном количестве

присутствовали форменные элементы – фюзинизированные остатки растительного происхождения. Иногда гелифицированная масса рассечена относительно протяженными «сухими» микротрещинами, ориентированными взаимно перпендикулярно; локально установлены включения сульфидов (рис. 2.11.3 Б, В). По данным оптико-минералогического анализа установлено два вида микролитотипов. Минеральная составляющая угля составляла ~25%: кварц, слоистые алюмосиликаты, полевой шпат барит, анатаз; самородная сера <1%, рудные минералы пирит, марказит, пирротин – незначительно. Главный породообразующий минерал – каолинит. Рудные минералы практически не образуют органоминеральных сростков в материале крупностью менее 1 мм и концентрируются во фракции плотностью более 2,9 г/см³, причем их содержание значительно меньше 1%.

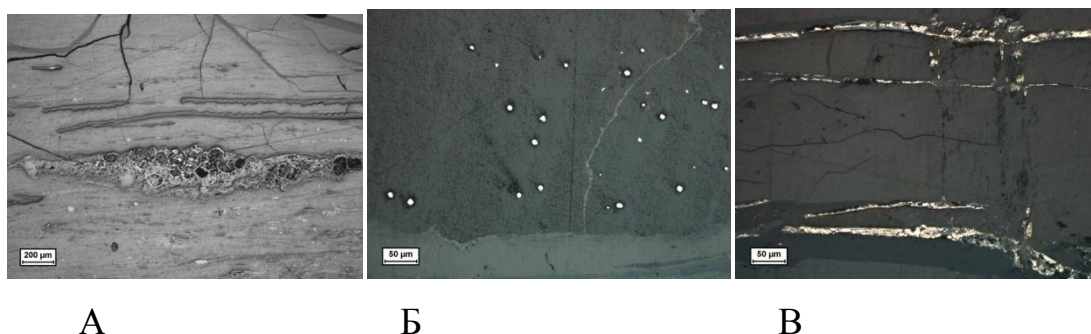


Рис. 2.11.3. Микроструктурные особенности углей: А – форменные элементы; Б - мелко-тонкокристаллический пирит; В марказит-пиритовые прожилки. Отраж. свет, николи параллельны.

Пирит представлен двумя генерациями, образовавшимися в различные стадии литогенеза. В ранней стадии углефикации пирит I генерации – сингенетический, возможно раннедиагенетический, представленный зернами кубической, панидиоморфной и округлой формы (рис. 3Б), неравномерно рассеянными в угле. Пирит II генерации образовался в более поздние стадии углефикации, вероятно, его можно отнести к эпигенетическому; тесно ассоциирует с марказитом и, как правило, образует прожилки различной мощности (рис. 2.11.3 В). По данным оптико-

геометрического анализа средний размер зерен пирита 0,006 мм; масса зерен пирита размером менее 0,044 мм составляет 0,056%; основная масса минерала сосредоточена в материале крупностью -0,074+0,01мм (рис. 2.11.4). Пирит обеих генераций имеет одинаковые морфоструктурные параметры (табл. 2.11.3).

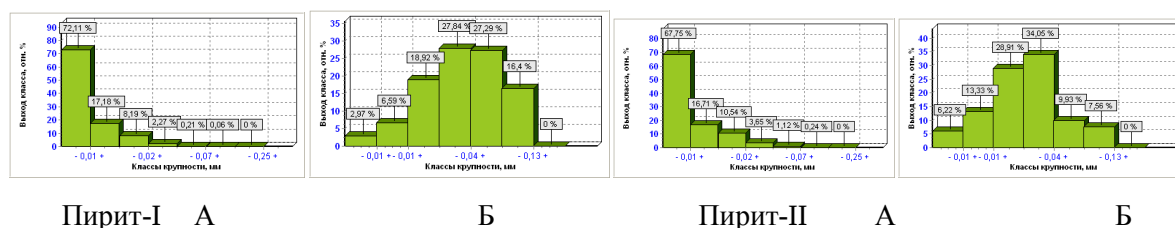


Рис. 2.11.4. Гранулярный состав пирита по классам крупности: А – количественный, Б – массовый.

Рентгеновская микротомография гелифицированной массы угля показала (рис. 2.11.5, табл. 2.11.4): четко выделяется два типа мацерал, значительно отличающихся значениями ЛКО – соотношение 60% и 30% (рис. 2.11.3); фиксируется микропористость углей, размер пор < 0,001 мм; минеральные фазы, присутствие органоминеральных сростков не установлено. Зольность исследованных углей, полученная расчетом количества содержащихся минеральных фаз в мацеральной основе по соотношению экспериментально установленных значений ЛКО на томограммах, ~5,5%. Сульфидная минерализация, прежде всего пирит, распределена крайне неравномерно и присутствует в незначительном количестве (0,06-0,1%), зерна практически однородны (рис. 2.11.3-2), лишь иногда в них отмечаются зоны размером до 30 мкм, которые можно идентифицировать как пирротин (подтвержденный рентгенографическим фазовым анализом), образовавшийся, вероятно, за счет с частичного восстановления пирита.

Таблица 2.11.3

Гранулярный состав и морфометрические характеристики пирита в буром угле

Минерал, проба	Содержание, %	Изрезанность	Размерность, мм			Удлинение
			мин.	средн.	макс.	
пирит (1)	0,029	0,598	0,001	0,006	0,107	2,28
(2) пирит	0,029	0,598	,001	,006	,107	2,28

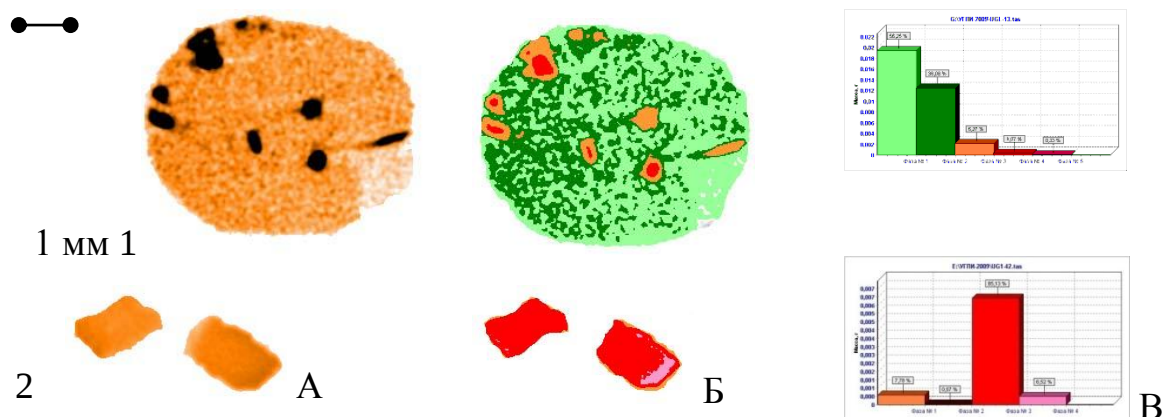


Рис. 2.11.4. Рентгенотомография угля (1) и зерен пирита из них (2): А – томограмма, Б – обработка по программе «TomAnalysis» и В – гистограмма % соотношения выделенных фаз: гелифицированная основная масса – светло-зеленое, зеленое; пирит – красное; оксиды, гидроксиды железа – рыжее, предположительно пирротин – сиреневое.

Таблица 2.11.4

РТ исследование бурых углей (Кузнецкий бассейн)

Тип угля	Выделенные фазы, их α_z (Al-образец сравнения) и содержание, в %.						
Витрен- клареновый	<0,15	0,32-0,45	0,53-0,56	0,80	1,7-1,9	3,96-4,2	4,2-4,29
Сод., %	до 5%	60-65%	30-35%	<2%	до 6%	10%	5%
Цвет на рис.		св-зелен.	зеленый	желтое	оранж, корич.	красное	Сиреневое
Фазы	поры	мацералы (органиминералы)		минералы (минеральные примеси)			
		витринит	инертинит	кварц	гидроксиды Fe	пирит	пирротин

В результате прогнозной оценки качества установлено: присутствие 2 групп микролитотипов, отсутствие органоминеральных сростков органоминеральных сростков в материале крупностью менее 1 мм, средняя зольность 5,5% определяют среднюю степень обогатимости бурых углей, приближающуюся к легкой.

Проведенные исследования углей показали возможность проведения

оперативной прогнозной оценки их качества комплексом методов технологической минералогии, а именно оптической микроскопией и рентгеновской микротомографией.

Литература

1. ГОСТ 10100-84 Угли каменные и антрацит. Метод определения обогатимости.
2. ГОСТ 18384-73 Угли каменные. Петрографический метод определения степени обогатимости.
3. МР НСОММИ № 159 «Прогнозная оценка обогатимости углей минералогическими методами оптическая микроскопия и рентгенотомография)» / Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Кривошеков Н.Н., Хозяинов М.С. /Утверждены НСОММИ. М.: ВИМС, 2012. 15 с.
4. Петрология углей / Штах Э., Маковски М.-Т., Тейхмюллер М. и др./ М.: Мир, 1978. 554 с.
5. Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Ануфриева С.И. Определение прогнозной обогатимости бурых углей методами технологической минералогии // Разведка и охрана недр, 2010. №1. С. 54-57.

Якушина Ольга Александровна, Международный университет природы, общества и человека «Дубна», доцент, к.г.-м.н. Тел.: 8-916-770-28-30, e-mail: yak_oa@mail.ru

2.12. Изучение циркуляторной системы *stenosemus albus* (linnaeus, 1767) (mollusca, polyplacophora) с помощью микротомографии и построения 3D реконструкции по полутонким срезам.

Озеров Дмитрий Александрович¹, Ворцепнева Елена Владимировна².

¹ Студент V курса кафедры зоология беспозвоночных МГУ им. М.В. Ломоносова;

² Н.с., к.б.н, ББС МГУ им. Н.А. Перцова.

Введение

Прогресс молекулярных методов в конце прошлого века привел к значительным изменениям в системе беспозвоночных животных (Halanich et al. 1995; Aguinaldo et al. 1997). Молекулярный подход к филогенетическим взаимоотношениям позволил выделить принципиально новые группы, на первый взгляд никак не поддержанные морфологическими данными. В результате молекулярно-филогенетического анализа было выделено две центральные группы первичноротых – Lophotrochozoa и Ecdysozoa. Lophotrochozoa – крупный таксон, включающий в себя трохофорных животных (Trochozoa) с двумя центральными группами (Mollusca и Annelida) и, так называемых, лофофоровых (Briozoa, Entoprocta) (Halanych et al. 2004).

Но молекулярные методы не могут являться единственными для построения системы, особенно в свете прогресса морфологических и ультраструктурных методов, который произошел в последние десятилетия и позволил сформулировать несколько гипотез об эволюционных изменениях ряда систем органов у беспозвоночных (Westheide, Rieger, 1996), изучение морфологии является важной составляющей в филогенетических построениях.

Наше внимание сконцентрировано на группе Trochozoa в общем и Mollusca в частности, как наиболее устойчивой группе в положении в системе беспозвоночных. Многие системы органов Trochozoa подвержены адаптивным изменениям внутри группы (нервная, выделительная и половая

системы), а другие, в большинстве своем, уникальны (такие, как нога, сифон, мантийная складка для Mollusca), поэтому одна из наиболее интересных для поиска морфологических синапоморфий в группе Trochozoa является циркуляторная система, которая включает в себя систему полостей, сосудов и лакун целомического и гемоцельного происхождения.

Наша работа посвящена изучению морфологии циркуляторной системы представителя класса хитонов (Mollusca, Polyplacophora). Хитонов традиционно рассматривают, как примитивную группу, по всей видимости, являющуюся базальной по отношению к таким эволюционно продвинутым таксонам, как Gastropoda, Bivalvia и Cephalopoda (Kocot et al., 2011) и близкой по строению к моллюску-прототипу, что обуславливает выбор данной группы для наших исследований.

Для изучения циркуляторной системы были применены методы трехмерной реконструкции. Трехмерная реконструкция - сравнительно новый перспективный метод в зоологии, позволяющий наиболее эффективно описать топографию и морфологию органов и систем органов, что особенно актуально для структур сложной формы, например, циркуляторной системы. В данной работе мы сравниваем 2 метода трехмерной реконструкции: по серии полутонких срезов и компьютерная микротомография, на примере внутреннего строения хитона *Stenosemus albus* (Mollusca, Polyplacophora).

Материалы и методы. Сбор материала производился в районе ББС МГУ имени Перцова (66° 34' N, 33°08' E) в августе - сентябре 2011 года. Для изучения были взяты 3 ювенильные особи *Stenosemus albus*, 4 мм в длину. Все объекты были расслаблены изоосмотическим раствором хлорида магния и зафиксированы 2,5% глутаровым альдегидом с постфиксацией 1% раствором тетраоксида осмия.

Один объект был выбран для получения полутонких срезов. Для чего была произведена декальцинация насыщенным раствором ЭДТА и проводка по восходящим спиртам, затем, до ацетона с последующим заключением в смолу Epon 812.

Полутонкие срезы (1 мк) были получены с помощью ультрамикротоме Duron MT 5000 алмазным ножом. Окраска – раствором толуидинового синего (1%), метиленового синего (0,2%) и тетрабората натрия (1%).

Срезы были сфотографированы на микроскопе с цифровой камерой (Axioplan 2 Zeiss). Был снят каждый пятый срез.

Для построения 3D моделей были выбраны 2 серии снимков: от начала ротового диска до конца 2 пластинки раковины (60 кадров) и следующий непосредственно после первого фрагмент, примерно, до конца 4 пластинки раковины (100 кадров).

С помощью компьютерной программы Irfan View 4.28, все кадры каждой серии приведены к единому формату и размеру изображения. Серии снимков были объединены в стеки и выровнены друг относительно друга в соответствии с положением срезов в теле животного в программе Amira 5.2.2.

Для создания трехмерного изображения была использована программа Imaris 7.0.0. Стеки загружены в программу, задан размер вокселя, в соответствии с реальным масштабом и расстоянием между срезами.

Основной принцип реконструкции в программе Imaris 7.0.0. Выбранную структуру обводят замкнутой линией на фотографии среза. На участках, на которых структура монотонна, контур обводили каждые 10 кадров; на участках, на которых структура претерпевает изменения, частоту обвода контуров увеличивали, в соответствии со скоростью и сложностью изменения структуры. Затем, программа строит поверхность, соединяя обведенные контуры. Далее, были выбраны подходящие ракурсы для 3D моделей и сделаны их двухмерные изображения, которые были обработаны в программе Adobe Photoshop CS5.

Два оставшихся объекта были изучены с помощью микротомографии. Объекты предварительно были высушены в критической точке для повышения контраста внутренних полостей тела, помещены в полиэтиленовые

трубки и зафиксированы пластилином. Выбор параметров сканирования производился на основе литературных данных (Dinely et al., 2010). Сканирование проводилось при напряжении 60 kV и силе тока 70 μ A.

На выходе данные представляли собой серию изображений поперечных оптических срезов объекта с шагом 2,8 мкм и общих видов, с постепенно изменяющимся углом зрения.

Для построения и анализа трехмерной модели была использована программа CTvox 2.4, а для анализа оптических срезов DataViewer 1.4.4. Полученные изображения отредактированы в программе Adobe Photoshop CS5.

Результаты и обсуждение. По серии полутонких срезов с помощью программы Imaris было реконструировано 2 фрагмента тела неполовозрелой особи *Stenosemus albus*: от начала ротового диска, до конца 2-й пластины раковины и фрагмент, непосредственно следующий за первым, примерно, до 2/3 четвертой пластины раковины (примеры реконструкции на рис. 2.12.1).

Тело хитона обводили по внешнему контуру мягких тканей. Отдельно были реконструированы пластинки *раковины*. Реконструирован внешний контур *радулы* и *радулярных хрящей*; *пищеварительный тракт* и сопутствующие ему железы: слюнные, сахарные, печень (пищеварительная железа); *выделительная система*, представленная двумя метанефридиями; основные части *нервной системы*: церебробуккальное (околокишечное) нервное кольцо, pedalные и плевровисцеральные нервные стволы, комиссуры между ними и некоторые другие элементы.

Особое внимание уделено *циркуляторной системе*. Реконструированы два основных синуса в которых находятся внутренние органы животного: цефалический и висцеральный, разделенные тонкой перегородкой – диафрагмой в начале третьей пластинки раковины; а также, синусы, расположенные в соединительных тканях ноги (pedальные, невropедальные, медиальный), околоротового диска (околоротовой), стенок тела (невролатеральные) и некоторые мантийные синусы (рис. 2.12.2); дорзальная аорта – сосуд, берущий начало от сердца (находится в задней

части тела хитона, в данную реконструкцию не вошло), тянущийся по спинной стороне и впадающий в головной синус; висцеральная артерия – сосуд начинающийся выпячиванием диафрагмы из головного синуса и продолжающийся между долями печени, содержит радулу в радулярной сумке.

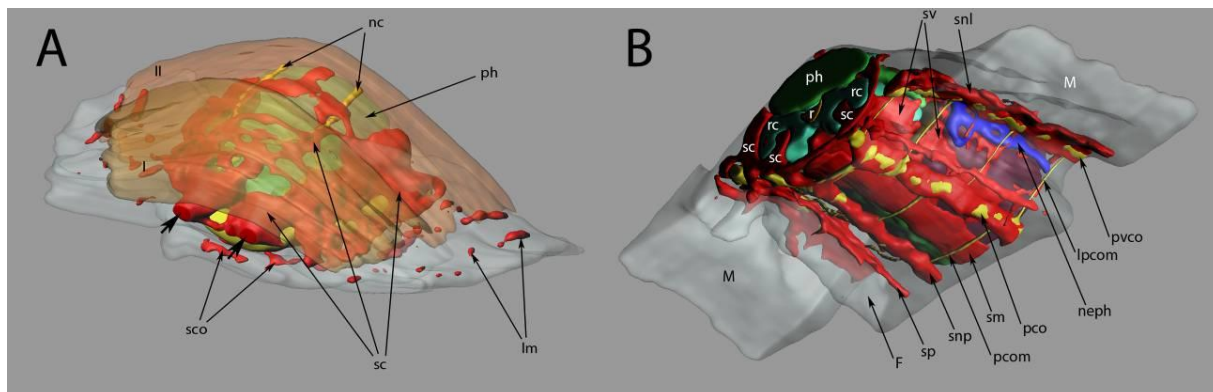


Рис 2.12.1. 3D реконструкция по серии полутонких срезов. А. Передний конец тела, вид спереди-сбоку. В. Фрагмент тела от конца II пластинки раковины до 2/3 IV пластинки, вид спереди-сбоку-снизу. I, II – пластинки раковины; М – мантия; F – нога; nc – нервные стволы; ph – глотка; sc, короткие стрелки – цефалический синус; r – радула; rc – радулярные хрящи и мышцы; sv – висцеральный синус; sm – медиальный синус; sp – педальный синус; snp – невропедальный синус; snl – невролатеральный синус; neph – нефридий; pco – педальный нервный ствол; pvco – плевровисцеральный нервный ствол; lpcom – латеропедальная комиссура; pcom – педальная комиссура.

С помощью микротомографии были исследованы две особи *S. albus*. На трехмерной реконструкции, созданной с помощью программы CTvox, хорошо отображена фактура поверхности тела: раковины и мантии, инкрустированной известковыми спикулами (рис. 2.12.2А). На оптическом срезе, полученном с помощью DataViewer, в раковине четко видны места расположения эстетов – органов чувств. Хорошо различимы пищеварительная система с сопутствующими ей железами и радула с радулярными хрящами. Основные нервные остволы видны очень хорошо, более мелкие элементы нервной системы – хуже, т.к. разрешение недостаточно высоко. Нефридии не контрастны на всем протяжении объекта, но различимы (рис. 2.12.2В, С, D).

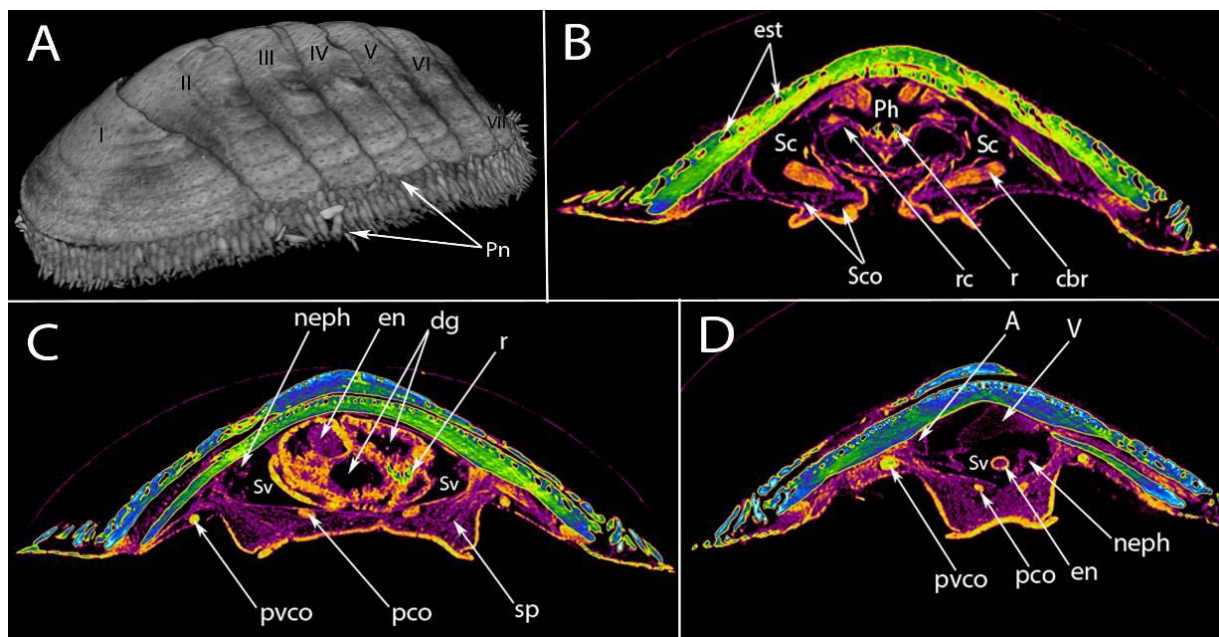


Рис. 2.12.2. Микро КТ. А. Общий вид спереди-сбоку. В. Поперечный оптический срез на уровне ротового отверстия. С. Поперечный оптический срез на уровне IV пластинки раковины. D. Поперечный оптический срез на уровне VII пластинки раковины. I, II, III, IV, V, VI, VII – пластинки раковины (VIII пластинка не видна); Pn – край мантии, инкрустированный различными известковыми элементами; est – места расположения эстетов в пластинках раковины; Ph – просвет глотки; en – просвет кишечника; dg – доли пищеварительной железы (печени); neph – нефридии; r – радула; rc – радулярные хрящи и мышцы; cbr – церебробукальное нервное кольцо; rco – педальный нервный ствол в невропедальном синусе; pvco – плевровисцеральный нервный ствол в невроталеральном синусе; sp – педальный синус; Sc – цефалический синус; Sv – висцеральный синус; A – предсердие; V – желудочек.

По данным КТ, видны все основные части циркуляторной системы, но не всегда представляется возможным понять некоторые детали строения. Например, плохо различима крыша срединного синуса, представляющая собой тонкую мембрану, не видна диафрагма, просвет дорзальной аорты не прослеживается четко на всем протяжении. Висцеральная аорта практически не различима. Сердце не было реконструировано по серии полутонких срезов. На снимках томографии хорошо виден желудочек, предсердия плохо различимы (рис. 2.12.2В, С, D), перикард не всегда, но различим. Низкое разрешение не позволяет рассмотреть некоторые мелкие детали строения, возможно, необходимо более интенсивное контрастирование объекта.

Для правильной интерпретации, дополнительно необходим анализ полутонких срезов в ключевых местах. Кроме того, замечены разрывы тканей внутренних органов, что, возможно, произошло при сушке. Это говорит о необходимости совершенствования метода, например, достижение

более интенсивного контрастирования без высушивания. При 3D реконструкции в программе Imaris, в первую очередь, проводится анализ полутонких срезов, следовательно, разрешение метода ограничено разрешением срезов, которое достаточно высоко: можно различить отдельные клетки, что недостижимо при описанном выше методе микро КТ. Для реконструкции общей топографии органов такое разрешение избыточно, но при желании, дает дополнительную свободу действий. Для успешной реконструкции необходимы большие серии качественных срезов, получение которых занимает долгое время и трудоемко, в отличие от сканирования на томографе. Кроме того, для резки, тем или иным способом, необходимо удалить внешний известковый скелет животного, что неминуемо нарушает первозданный облик объекта.

В существующих работах по микро КТ и 3D реконструкции хитонов, в отличие от нашей, не ставилась задача настолько полного изучения строения, в особенности, такой сложной топографической системы, как циркуляторная система. Например, работа Голдинг и Джонса (Golding & Jones, 2007) посвящена микро КТ различных групп моллюсков, в том числе хитонов. Главным образом, уделено внимание различным методикам фиксации объектов, но анализ внутреннего строения поверхностей. Существуют работы по реконструкции выделительной системы хитонов, в том числе на разных этапах развития (Baeumler et al., 2011, 2012). Были более подробно реконструированы метанефридии, но на более ранних стадиях развития, чем в нашей работе. Также, реконструированы протонефридии и личиночные глаза, отсутствующие на стадии развития нашего объекта, перикард и задняя часть нервной системы, не реконструированные в нашей работе.

Выводы. 1) Оба метода трехмерной реконструкции пригодны для изучения внутренней морфологии хитонов. Реконструкция по серии срезов дает хорошие представления о строении всех систем органов, в том числе, циркуляторной системы. Предварительный анализ серий полутонких срезов,

с большой вероятностью гарантирует правильное определение принадлежности интересующих структур к определенным системам органов. Но этот метод требует больших затрат времени и трудоемок. Также, для успешной резки срезов необходима декальцинация объекта, что нарушает первозданный облик и строение животного.

2) Микротомография – быстрый и удобный метод, не требующий разрушения объекта. Но при данной методике и техническом исполнении пригоден для подробного анализа циркуляторной системы только в совокупности с гистологическими срезами аналогичного объекта, а также, возможно разрушение некоторых тканей. Необходимо совершенствование метода.

Благодарности. Авторы выражают благодарность Коросту Д. В. за предоставленную возможность работы на томографе.

Литература

1. *Aguinaldo A.A. et al.* Evidence for a clade of nematodes, arthropods and other moulting animals // *Nature*. 1997. V. 387, P. 489 – 493.
2. *Baeumler N., Haszprunar G., Ruthensteiner B.* Development of the Excretory System in the Polyplacophoran Mollusc, *Lepidochitona corrugata*: The Protonephridium // *Journal of Morphology*. 2011. V. 272. P 972–986.
3. *Baeumler N., Haszprunar G., Ruthensteiner B.* Development of the excretory system in a polyplacophoran mollusc: stages in metanephridial system development // *Journal of Morphology*. 2012. V. 9.
4. *Dinely J. et al.* Micro-computed X-ray tomography: a new non-destructive method of assessing sectional, fly-through and 3D imaging of a soft-bodied marine worm // *Journal of Microscopy*. Vol. 238. P. 123–133.
5. *Golding R. E., Jones A. S.* Micro-CT as a novel technique for 3D reconstruction of molluscan anatomy // *Molluscan Research*. 2007. V. 27, No. 3. P. 123–128.
6. *Halanich K. M. et al.* Evidence from 18S ribosomal DNA that the lophophorates are protostome animals // *Science*. 1995. V. 267 P. 1641–1643.

7. *Halanich K. M. et al.* The new view of animal phylogeny // Annual Review of Ecology, Evolution, and Systematics. 2004. V. 35. P. 229–256.

8. *Kocot M. K. et al.* Phylogenomics reveals deep molluscan relationships // Nature. 2011. V. 477. P. 452 – 456.

9. *Westheide W, Rieger R.* Einzeller und wirbellose Tiere. Spezielle // Spezielle Zoologie.

1996. Т. 1. S. 1-909.

Ворцепнева Елена Владимировна, ББС МГУ им. Н.А. Перцова, н.с.,
к.б.н. Тел.: 8(926)3600048, e-mail: vortcepneva@gmail.com

2.13. Исследования коллекторов углеводородов проводимые с использованием рентгеновской микро- и мезотомографии

Гришин Павел Андреевич¹, Грачев Евгений Александрович²

¹ОАО «Зарубежнефть» / МГУ им. М.В. Ломоносова;

²МГУ им. М.В. Ломоносова

Обоснованный выбор и успешное применение современных технологий нефтедобычи, построение адекватной геолого-гидродинамической модели зависят от полноты и достоверности информации, полученной на керновом материале. Кроме того, разработка и внедрение новых технологий нефтедобычи требует детального исследования процессов, происходящих в керне при применении элементов технологий.

При этом для анализа, зачастую, бывает недостаточно усредненных по всему керну параметров и интегральных характеристик, а требуется детальное распределение параметров в объеме. Данный вид анализа особенно актуален для сложнопостроенных и нетрадиционных коллекторов. Необходимость детального анализа возникает и при изучении сложных процессов, являющихся элементами методов увеличения нефтеотдачи (далее МУН), например, при изучении: влияния различных вытесняющих оторочек;

адресного (точечного) воздействия агентами; особенностей интеграции (сочетания) различных воздействий; методов и путей оптимального вытеснения нефти ит.д.

Также отметим, что при наличии в образце горной породы сложных структур, оказывающих существенное влияние на фильтрацию, при сочетании множества природных и техногенных факторов, интегральные параметры не отражают сути процессов, так как представляют процессы в некоторой, весьма сложной, а порой и неизвестной исследователю, комбинации («черный ящик»).

Традиционное лабораторное оборудование, в большинстве своем, не позволяет получать подробную информацию о структуре и объемном распределении свойств внутри керна, равно как и детализировать процессы, происходящие в нем при различных воздействиях.

Для решения этой проблемы предлагается использовать интроскопические методы исследования (позволяющие исследовать внутреннее строение без разрушения) образцов коллекторов углеводородов, а именно, рентгеновскую компьютерную томографию (далее КТ). Выбор КТ обусловлен ее применимостью к породам в широком диапазоне плотностей, с практически любым химическим и минералогическим составом, технической освоенностью, относительно небольшой стоимостью и относительно простой интерпретацией.

Исследования с применением КТ можно классифицировать по различным признакам

1. По пространственному разрешению прибора и размеру исследуемого образца:

- 1.1. Мезотомография: разрешение - 31-700 мкм, размер образца – цилиндры диаметром до 10 см и длиной до 1 м

- 1.2. Микротомография: разрешение - 1-30 мкм, размер образца – цилиндры диаметром до 3 см и длиной до 8 см

2. По термобарическим условиям, в которых находится исследуемый образец:

2.1. Исследования при атмосферных условиях

2.2. Исследования с имитацией пластовых условий

3. По типу исследуемых процессов:

3.1. Исследование керна в статике

3.2. Исследование керна и физико-химических процессов, протекающих в нем при различных видах воздействия в динамике

4. По связанности с другими видами исследований:

4.1. Отдельные

4.2. Комплексные (включая технологию сверхразрешения и привязку к минералогическому и элементному составам при помощи технологии FIB-SEM)

5. По глубине исследования

5.1. Рутинные (поточковые)

5.2. Детальные (специальные)

6. По глубине обработки получаемых данных

6.1. Качественные (описательные характеристики)

6.2. Количественные (прямые определения некоторых параметров и статистические зависимости)

6.3. Качественно-количественные (включая морфологический анализ)

6.4. С построением структурной модели и проведением вычислительных экспериментов

При проведении томографической съемки основным результатом является трехмерная карта плотности (рентгеновской) исследуемого образца. Однако дальнейшая обработка и анализ результатов (в т.ч. изображений), а также проведение вычислительных экспериментов позволяет оценить значения различных расчетных параметров, таких как:

1. Структура образца (включая восстановление исходной, пластовой структуры);

2. Распределение различных фаз и литотипов в образце;
3. Физические свойства породы (плотность, однородность, изотропность, механические свойства ит.д.);
4. Петрофизические свойства породы;
5. Пористость (открытая, закрытая, эффективная);
6. Абсолютная проницаемость (по воде, газу, другому флюиду);
7. Трехмерная карта смачиваемости;
8. Детальные относительные фазовые проницаемости (в зависимости от температуры, индивидуальные для трещинной и матричной частей ит.д.);
9. Представительные статистические и корреляционные зависимости;
10. Модели физических и химических процессов, включая фильтрационные, механико-деформационные и окислительные, возникающие при применении различных методов воздействия на пласт (термогазовый метод, кислотные обработки, гидроразрыв пласта и т.д.);
11. Параметры, необходимые в рамках решения специальных задач (моделирование современных МУН).

Такой подход обладает рядом преимуществ, по сравнению с традиционным подходом к исследованию образцов керн и моделированию физико-химических процессов:

1. Снижение стоимости исследований;
2. Сокращение сроков проведения исследования;
3. Снижение технологических и финансовых рисков за счет уменьшения неопределенности, а также повышения достоверности и детальности получаемой информации;
4. Возможность проведения экспериментов, неосуществимых в физической лаборатории, в том числе при экстремальных термобарических условиях, а также на неконсолидированном керне;

5. Возможность корректного перемасштабирования при построении моделей;
6. Возможность проведения серии многовариантных численных экспериментов на одном образце (при ограниченном наборе физических образцов);
7. Возможность проведения эксперимента без необходимости физической доставки образца;
8. Возможность учитывать изменения структуры, и соответственно ФЕС, образца при его извлечении из пласта и транспортировке путем восстановления исходной структуры.
9. Возможность проведения пространственной интерполяции (экстраполяции) между образцами по каждому параметру (или группе параметров) отдельно и лишь после этого усреднения и рекомбинации свойств. Такой подход существенно повышает точность и достоверность прогноза ФЕС;
10. Создание цифрового образца керна, не подверженного изменению при воздействии и с течением времени. Всегда можно получить из цифрового кернаохранилища исходный образец, или образец после заданного набора воздействий.

Первый этап при проведении исследований – отбраковка непредставительных образцов. Обычно эта процедура проводится посредством визуальной оценки негодности образца, или по результатам измерений, в случае если характеристики данного образца существенно отличаются от остальных. Применение КТ позволяет качественно и количественно оценить (а иногда и объяснить) степень отличия образца от «среднего образца партии керна», и сделать это перед проведением ресурсоемких исследований на некондиционном образце.

После составления выборки образцов исследования могут проводиться в рамках следующих концепций:

1. Проведение КТ, обработка данных и проведение вычислительного эксперимента

2. Проведение традиционных исследований с применением КТ для определения ряда параметров

Приведем пример исследования, проводимого в рамках первой концепции.

Этап 1: выбор образца для детального исследования

На данном этапе производится съемка некоторого количества полноразмерных кернов. В этих кернах морфологическими методами выбираются характерные (представительные) области. Из каждой такой области отбирается образец для детального изучения, и параметры этого образца, полученные в результате исследований, некоторым образом экстраполируются на всю зону. Примеры полноразмерных образцов, отснятых с помощью медицинского КТ (мезо) приведены на рисунках 2.13.1-2.13.3. Как видно на рисунках структура керна требует сложного морфологического описания.

Этап 2: детальное исследование небольшого образца

На данном этапе с помощью микротомографии подробно исследуются образцы, представляющие некоторую область. При этом определяются морфологические и структурные характеристики, производится привязка минерального и элементного составов, определяются статистические зависимости. Примеры таких исследований приведены на рисунках 2.13.4-2.13.5.

Этап 3: проведение вычислительных экспериментов

Этап 4: экстраполяция полученных результатов.

Исследования по последним 2-м этапам находятся на стадии выполнения, и потому результаты не приведены в данной статье, а будут представлены позднее.

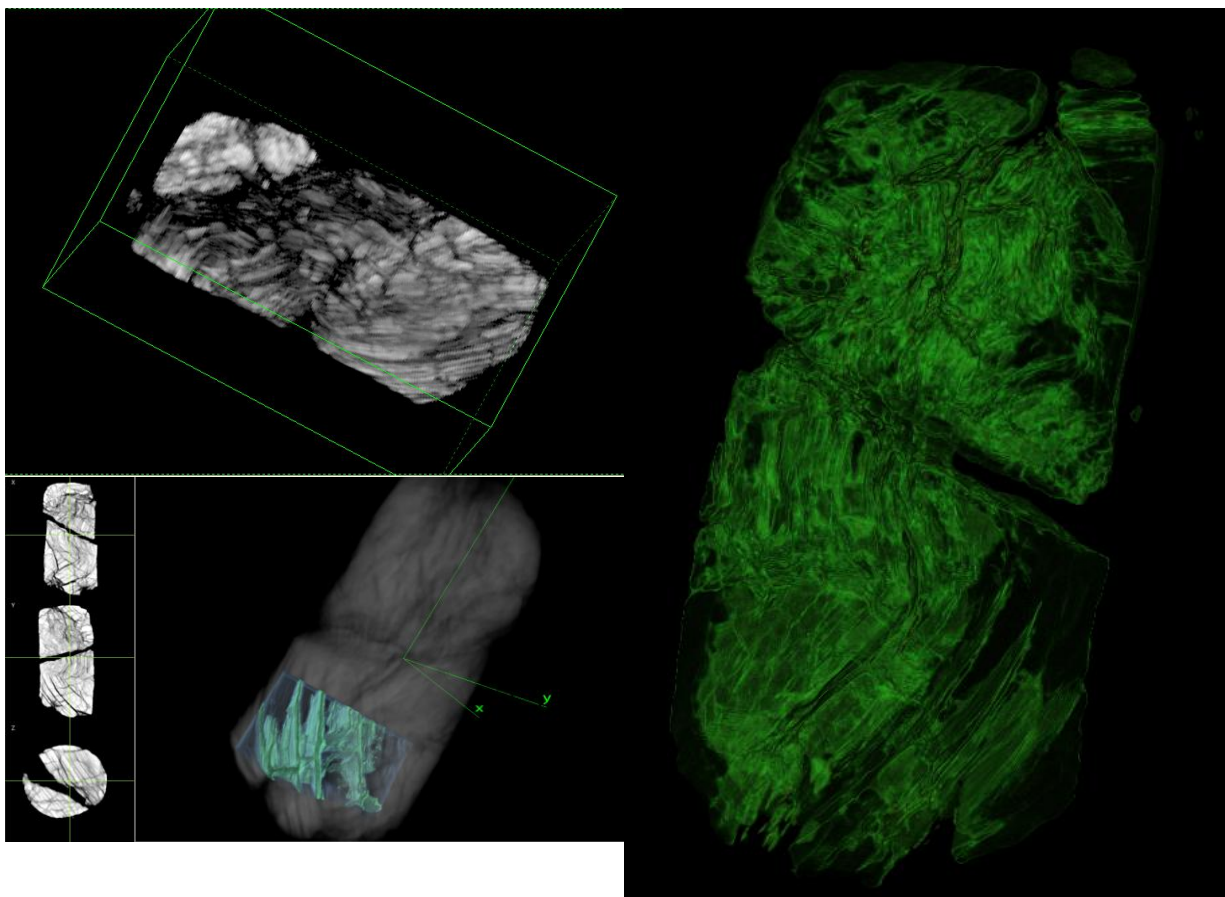


Рис. 2.13.1. (сверху) Исходное необработанное трехмерное КТ изображение полноразмерного (диаметр 100 мм) карбонатного керна со сложной структурой, выходящей за пределы керна. Наличие подобной структуры оказывает существенное влияние на условия фильтрации.

Рис. 2.13.3. Обработанное трехмерное изображение полноразмерного (диаметр 100 мм) карбонатного керна. На рис. видны сложные структуры, оказывающие существенное влияние на фильтрацию в образце (извилистость).

Рис. 2.13.2. (снизу) Исходное необработанное трехмерное КТ изображение с обработанной зоной, на которой выделена сложная структура.

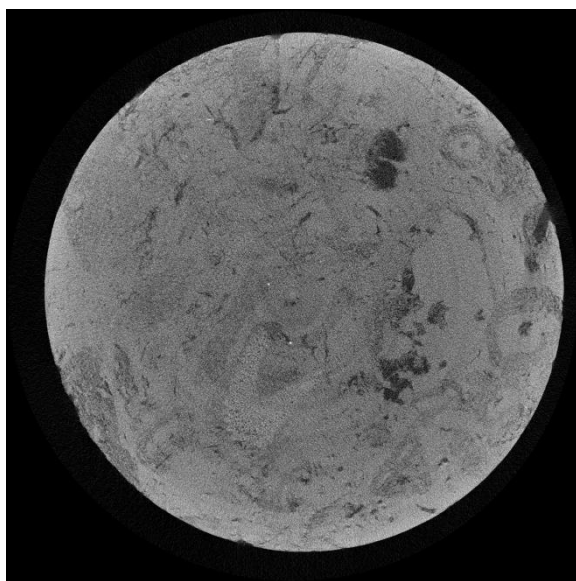


Рис. 2.13.4. Томографические срезы микротрещинноватого образца карбонатного

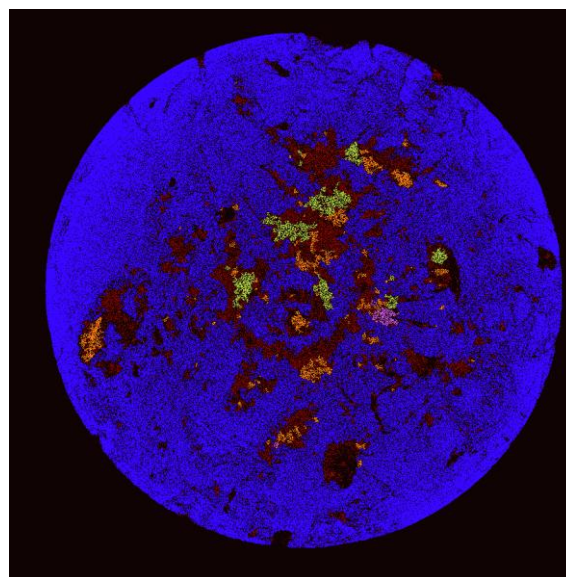
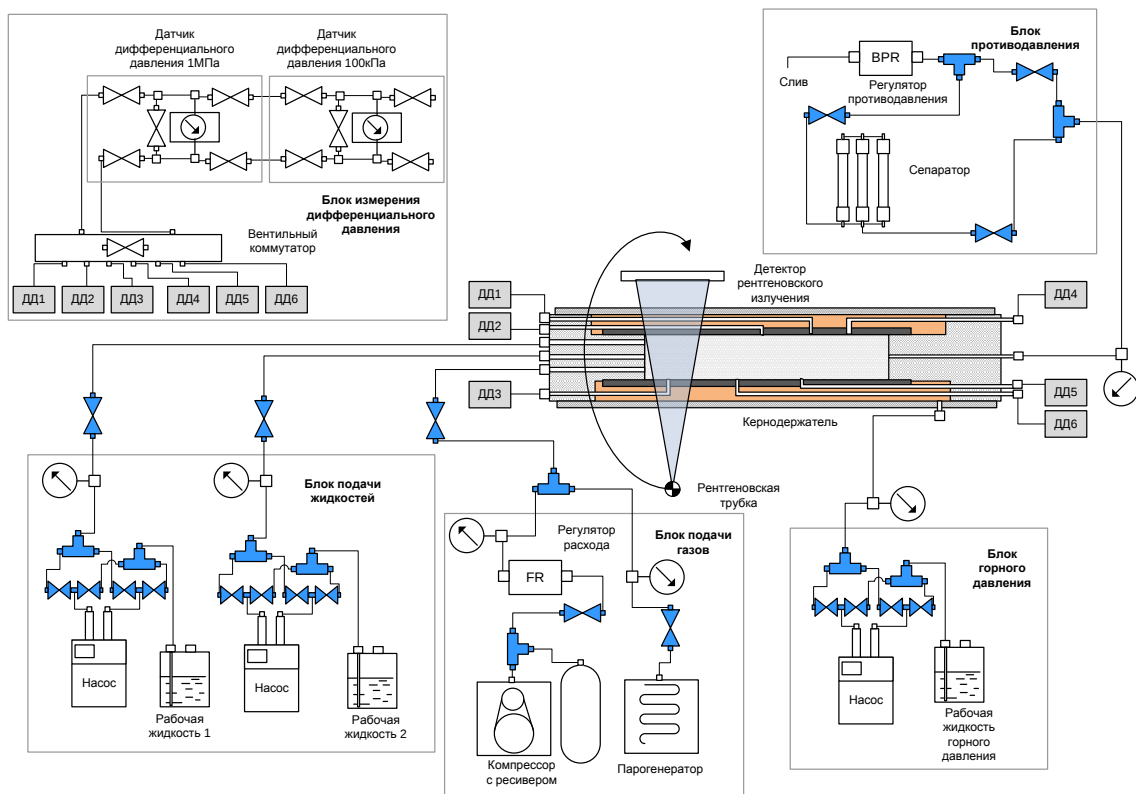


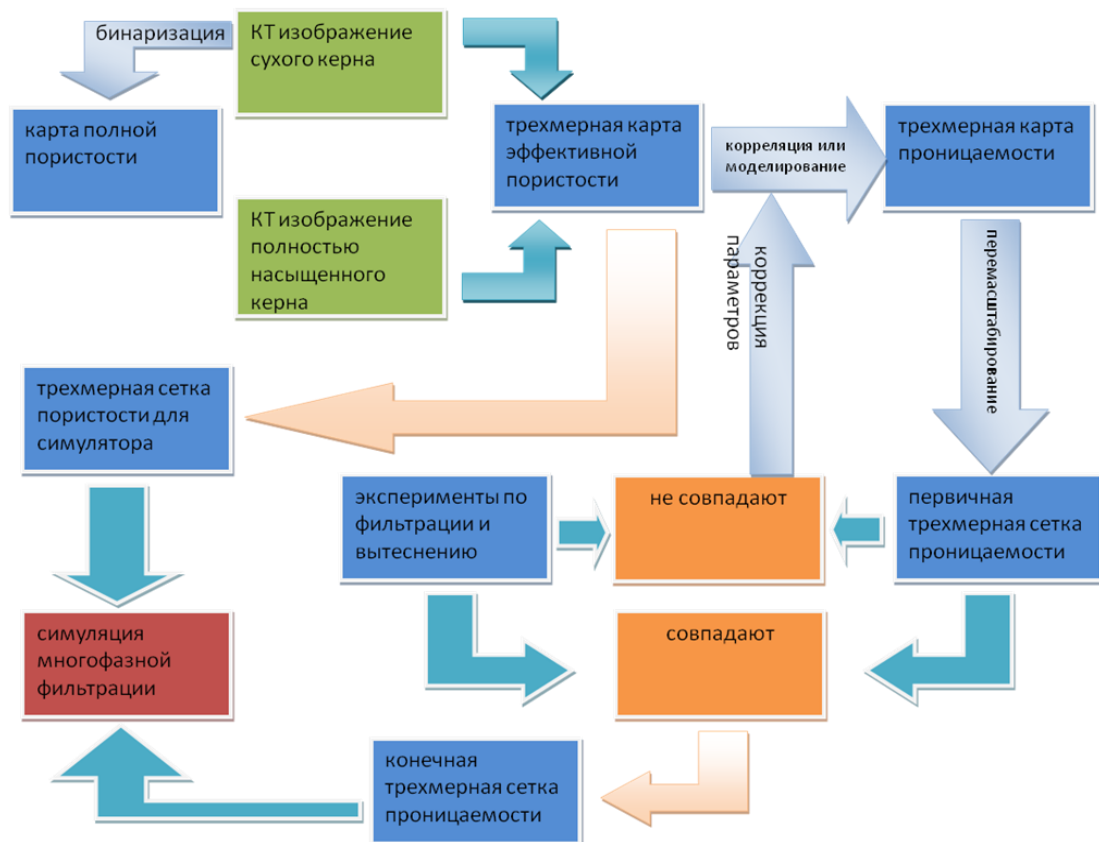
Рис. 2.13.5. Обработанные изображения образца, сегментация по типу породы

В рамках второй концепции используется специальный экспериментальный комплекс, позволяющий одновременно проводить исследования фильтрационных процессов традиционными методами и методом КТ. При этом изучается не только процесс фильтрации, но и другие физико-химические процессы. В первом случае КТ используется для локализации и количественного измерения фазовых насыщенных, а также положения и формы различных фронтов. Во втором случае дополнительно изучается целый ряд процессов, таких как: деформационные (в т.ч. растрескивания различных видов), химические реакции пластовых и закачиваемых агентов, и в некоторых случаях породы, фазовые переходы, изменения поверхностных свойств ит.д.

Принципиальная схема такого комплекса представлена на рисунке 2.13.6.



При этом схема применения результатов КТ при гидродинамическом моделировании месторождений представлена на рисунке 7.



Гришин Павел Андреевич, ОАО «Зарубежнефть»/МГУ им. М.В. Ломоносова, главный специалист/аспирант, аспирант. Тел.: 9263877596, e-mail: gripavel@rambler.ru, pgrishin@nestro.ru

2.14. Применение компьютерной микротомографии для контроля процесса получения функционально-градиентного композиционного материала $\text{SiC}/(\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3)$

Симоненко Николай Петрович, Симоненко Елизавета Петровна, Севастьянов Владимир Георгиевич, Кузнецов Николай Тимофеевич

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук

В настоящее время существует большая потребность в материалах с заданными свойствами, что относится к различным областям их применения – авиация, ракетостроение, реакторостроение, катализ, технологии очистки и разделения веществ и т.д. При этом важно уметь контролировать свойства материалов (плотность, прочность, пористость, проницаемость) на стадии их изготовления. На основании вышесказанного, всё более перспективными представляются функционально-градиентные материалы, свойства которых изменяются от поверхности к объёму [1] за счёт модификации приповерхностного слоя, в том числе путём уплотнения нанокристаллической матрицей. Успех при получении такого рода материалов определяется в большой степени в выборе метода модификации приповерхностных слоёв. Как известно, универсальным подходом к получению высокодисперсных веществ в виде порошков, тонких плёнок или матриц в объёме композиционных материалов является золь-гель метод с использованием алкоксоацетилацетонатов металлов [2, 3]. Разработанная технология позволяет получать гидролитически активные растворы комплексных соединений, контролируя в процессе их синтеза координационное окружение металлов, что даёт возможность увеличивать или снижать гидролитическую активность получаемых растворов

алкоксоацетилацетонатов, варьируя в процессе синтеза соотношение ацетилацетонатных и алкоксидных лигандов. Это отражается на изменении времени гелеобразования при гидролизе данных соединений в объёме модифицируемого материала, что влияет на толщину получаемых приповерхностных слоёв. Так чем быстрее из используемого раствора образуется вязкий гель, тем более тонким в итоге будет получаться приповерхностный слой материала, заполненного матрицей.

В работе использовался пористый SiC-каркас – материал, активно применяемый при получении термостойких авиационных деталей. Для защиты его приповерхностного слоя от окисления при повышенных температурах в процессе эксплуатации в качестве модифицирующей высокодисперсной матрицы производился синтез сверхтугоплавкого, стабильного при больших температурных перепадах оксида $\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$.

При получении функционально-градиентных материалов также необходимо контролировать процесс заполнения пористого каркаса высокодисперсной матрицей без разрушения образца. Одним из наиболее перспективных и подходящих для этого методов является рентгеновская компьютерная микротомография – неразрушающий метод контроля, позволяющий получать информацию об объёмной структуре материала с высоким разрешением.

Целью данной работы являлось получение функционально-градиентного композиционного материала $\text{SiC}/(\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3)$ с использованием золь-гель метода.

В качестве стартовых реагентов использовались ацетилацетонаты циркония, гафния и иттрия. Получен их раствор в необходимом соотношении металлов в изоамиловом спирте, после чего путём термической обработки происходило деструктивное замещение ацетилацетонатных лигандов на OR-группы. В результате образовался гидролитически активный спиртовой раствор алкоксоацетилацетонатов металлов. Далее к полученной реакционной системе добавлялся этанольный раствор воды, являющийся

гидролизующим компонентом, после чего производилось пропитывание SiC-каркаса при пониженном давлении. При этом происходил гидролиз с образованием геля в пустотном пространстве материала. После дальнейшей сушки при температуре 100°C из геля образовывался ксерогель. Далее производилось прокаливание материала при температуре 700°C, в результате чего из ксерогеля в порах SiC-каркаса происходил синтез нанокристаллического оксида $\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$. Последующее 35-кратное повторение данной процедуры привело к снижению открытой пористости, определяемой по заполнению материала ацетоном, в 4 раза – с 40 до 10%. Прирост массы при этом составил 77%. Исследование объёмной структуры образца методом рентгеновской компьютерной микротомографии (Рис. 2.14.1) подтвердило уплотнение приповерхностного слоя за счёт заполнения высокодисперсной оксидной матрицей. Построение объёмной модели пор приповерхностного слоя материала до и после его модификации наглядно подтверждает уплотнение материала (Рис. 2.14.2). При этом значение пористости уменьшилось в 25 раз (с 9,8% до 0,4%). Пористость в центральной части материала также уменьшилась, но незначительно – до 7,6%, что также подтверждает образование материала с уменьшающейся пористостью от объёма к поверхности. Различия в полученных значениях пористости путём заполнения ацетоном и по данным микротомографии объясняется установленным разрешением съёмки 1,3 мкм, т.е. в расчётах не учитывались поры размером менее 1,3 мкм. Проведённый рентгенофазовый анализ образца свидетельствует о кристаллизации оксидной матрицы с кубической кристаллической решёткой и средним размером кристаллитов 3 ± 1 нм.

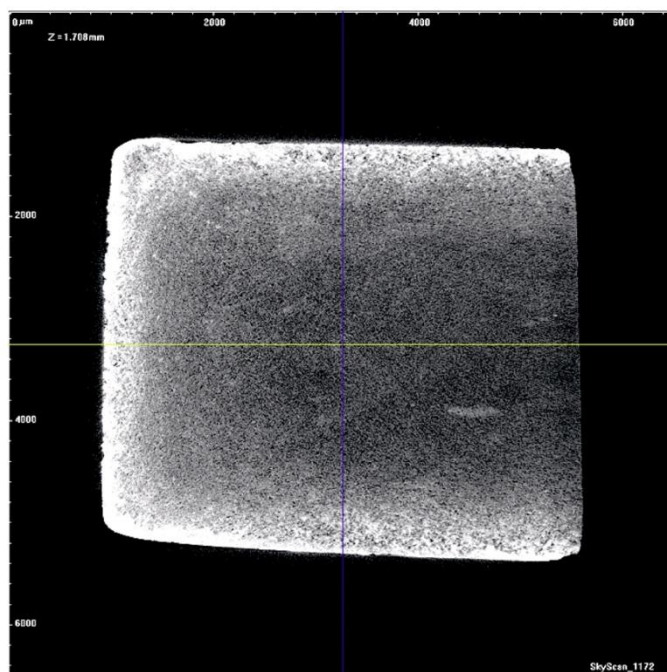


Рис. 2.14.1. Рентгеновское плотностное сечение материала после модификации приповерхностного слоя нанокристаллической оксидной матрицей

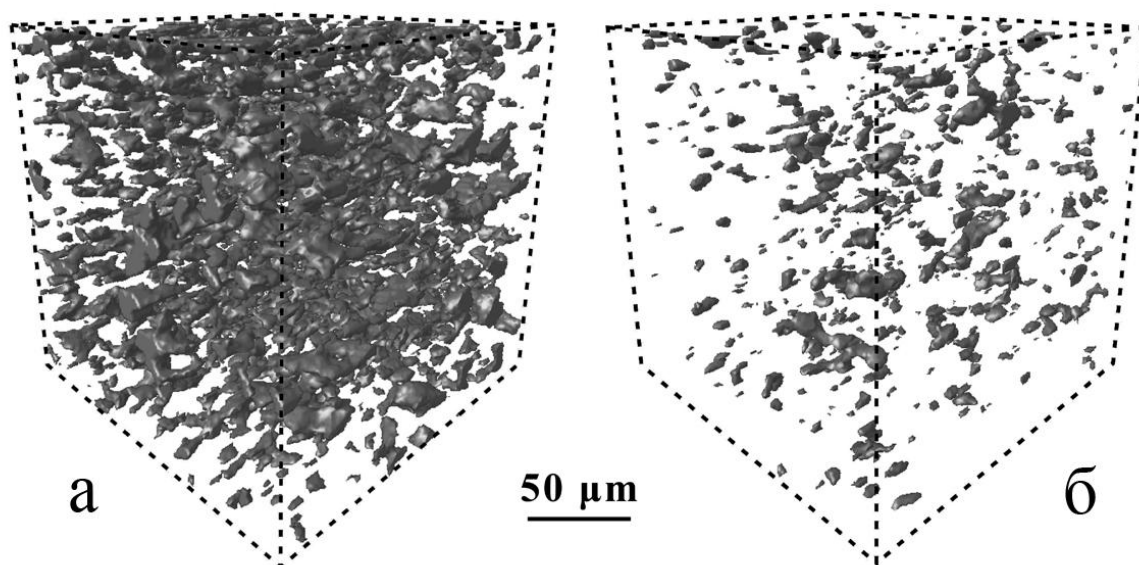


Рис. 2.14.2. Объемная модель строения пустотного пространства приповерхностного слоя образца до (а) и после (б) заполнения матрицей $\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$

Литература

1. Е.П. Симоненко, Н.П. Симоненко, В.Г. Севастьянов, Д.В. Гращенков, Н.Т. Кузнецов, Е.Н. Каблов, Функционально градиентный композиционный материал $\text{SiC}/(\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3)$, полученный с применением золь-гель метода, Композиты и наноструктуры, 4, 52-64 (2011).

2. Н.Т. Кузнецов, В.Г. Севастьянов, Е.П. Симоненко, Н.П. Симоненко, Н.А. Игнатов, Способ получения нанодисперсных оксидов металлов, Пат. РФ 2407705 (2010).

3. В.Г. Севастьянов, Е.П. Симоненко, Н.П. Симоненко, Н.Т. Кузнецов, Синтез высокодисперсного тугоплавкого оксида циркония-гафния-иттрия с использованием золь-гель техники, Журнал неорганической химии, **53** (3), 355-361 (2012).

Симоненко Николай Петрович, ИОНХ РАН, аспирант. Тел.: +7 (495) 955-48-30, e-mail: n_simonenko@mail.ru,

2.15. Кальцинаты в коронарных артериях: исследование морфоструктуры методом рентгеновской микротомографии

Евдокимов Ф.А.

ГБОУ ВПО РНИМУ им. Н.И. Пирогова Минздрава России

Ишемическая болезнь сердца (ИБС) — это болезнь, объединяющая несколько нозологических форм (стенокардия, инфаркт миокарда, нарушения ритма сердца и др.), в основе развития которых лежит недостаточное поступление кислорода к сердечной мышце из-за уменьшение коронарного кровотока. На сегодняшний день ИБС занимает лидирующее место среди состояний, приводящих к смерти, а также временной и стойкой утраты трудоспособности населения в развитых странах мира. Ведущая роль в патогенезе ИБС принадлежит ишемии миокарда, обусловленной сужением просвета венечных артерий атеросклеротическими «бляшками», т.е. атеросклерозом коронарных артерий [2,4].

В практике установление диагноза основано на клинических данных и результатах лабораторных и инструментальных исследований, которые, в свою очередь опираются на патофизиологическую основу и потому

позволяют давать более точную интерпретацию наблюдаемой картины при том или ином заболевании, в т.ч. рентгенологических симптомов как проявления течения патологического процесса [3].

В развитии атеросклеротического поражения артерий выделяют несколько стадий, среди которых особое место занимает обызвествление атеросклеротические бляшки, поскольку выявление кальцинатов в венечных артериях безусловно свидетельствует о наличии у больного ИБС, даже если клинически данное заболевание ещё не проявляется.

Кальцинаты – патогенные образования сосудистой ткани артерий, приводящие к образованию (флрмации) гелеобразных, диффузных сгустков вплоть до отдельных «бляшек», проявляющее в утолщении их стенок, в результате артерии утолщаются, становятся извилистыми, сужается их просвет, что приводит к ишемии миокарда.

До сих пор нет единой точки зрения на патогенез этого процесса. Одна группа медиков первопричиной или пусковым механизмом развития атеросклероза считают повреждение клеток эндотелия, это клетки которые выстилают внутреннюю оболочку сосудов, другие – реакцию эндотелия на дисфункцию эндотелия по типу воспалительного процесса. Помимо того, существует еще несколько теорий, подтвержденных клиническими и экспериментальными данными, но не способных в полной мере описать все наблюдаемые варианты развития атерогенеза [2,4,6]. Это позволяет предположить многофакторность развития этого патологического состояния, приводящего к серьезными клиническим последствиям. Поэтому исследование фазового состава и морфологии кальцинатов имеет важное значение для уточнения рентгеносемиотики определенных изменений в сердечно-сосудистой системе, для топографических определений и прояснения причин их образования достаточно велика, тем более что кальцинаты коронарных артерий, которые являются органоминалами, изучались нами рентгеномографией впервые именно как минеральное (неорганическое) вещество.

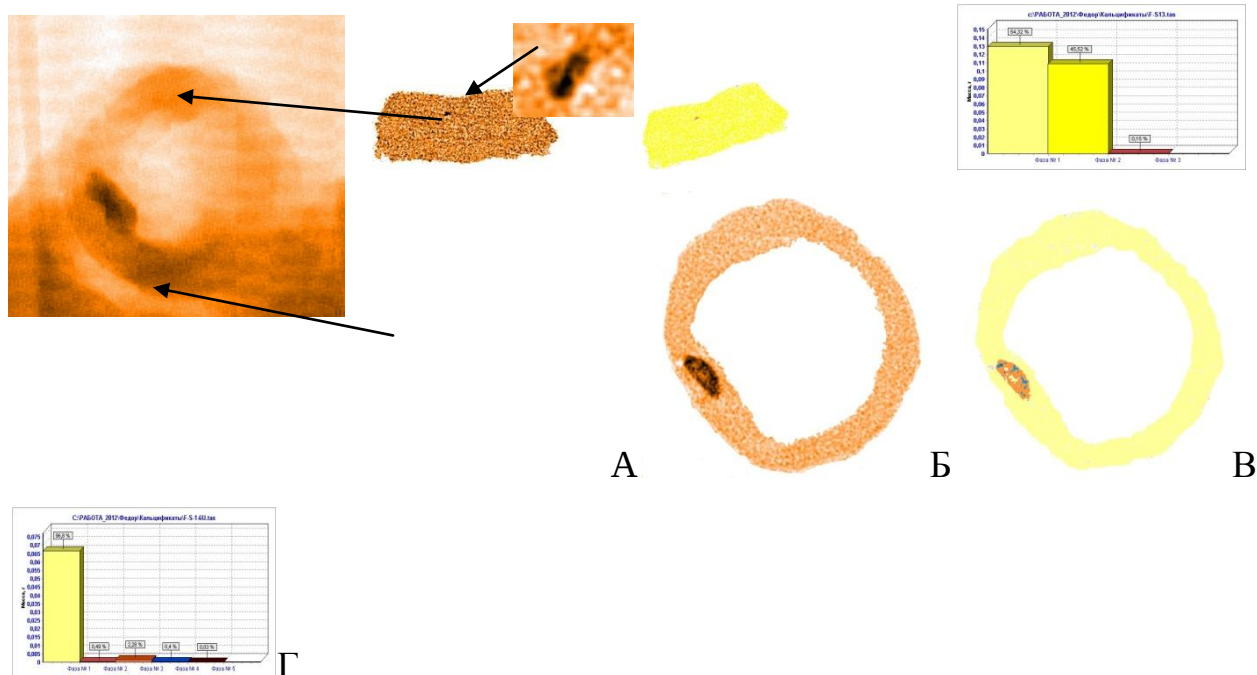
Проведено исследование ряда кальцинатов коронарных артерий с целью изучения их фазового состава и морфологии методом рентгеновской микротомографии (РТ) – ядерно-физическим методом для изучения внутреннего объема объекта без разрушения, – дополненным методом порошковой дифрактометрии (РФА) для межметодного контроля. Анализы выполнялись согласно методическим указаниям НСАМ № 21 и методическим рекомендациям НСОММИ №130, 146 Научных советов по аналитическим методам (НСАМ) и методам минералогических исследований (НСОММИ) разработанным для изучения минерального вещества [1,5].

Экспериментальные исследования кальцинатов коронарных артерий методом РТ проведены на отечественном рентгеновском микротомографе ВТ-50-1 «Геотом» («Проминтро», Россия), изготовленном на базе промышленного томографа специально для исследования минеральных объектов (аналитик О.А. Якушина). Прибор соответствует требованиям российских регламентирующих документов по аппаратуре неразрушающего контроля и международному стандарту ASTM E1441-11. Условия съемки томограмм: микрофокусный рентгеновский источник РЕИС-150М, рабочее напряжение рентгеновской трубки $U=100$ кВ, ток накала $I=2,9$ А; блок детекторов 8 измерительных каналов со сцинтилляторами CsJ(Na), веерная геометрия при сканировании, шаг сканирования 3 мкм, рабочее поле съемки до 15 мм в диаметре, перемещение по высоте до 7 см; использовался Al-образец сравнения. Предел пространственного разрешения 5 мкм для линейных неоднородностей. Чувствительность к изменению величины линейного коэффициента ослабления рентгеновских лучей (ЛКО) - 1%.

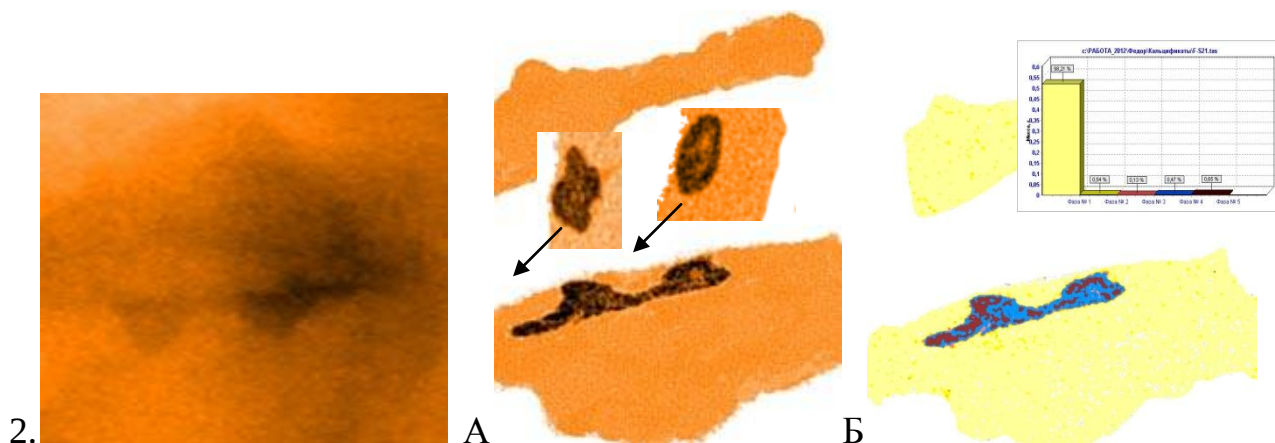
Определение минерального состава кальцинатов методом РФА (аналитик А.В. Иоспа) выполнено на рентгеновском дифрактометре X'Pert PRO (Philips, Голландия). Условия съемки рентгенограмм: монохроматизированное Cu K α излучение, $U = 50$ кВ, $I = 40$ мА, скорость записи 2 град/мин, внутренний стандарт – кремний (Si). Ограничения метода связаны с невозможностью диагностики рентгеноаморфных фаз, порогом

обнаружения 0,5-1 мас.%, размер минеральных кристаллитов – не меньше 0,1 мкм. Результаты РТ сопоставлялись с данным РФА.

По данным РТ (рис. 2.15.1) установлено 5-6 диапазонов значений ЛКО, два относятся в органической ткани (вероятно белки и липиды - жиры), 3-4 – возможно вивенит, гидроксилкарбонатапатит и кальцит разной плотности (возможно степени гидратированности, содержания органической компоненты или упорядоченности). Центр зарождения кальцината (30 мкм) на рентгенограмме практически не просматривается, но нем уже начал концентрироваться кальций (менее 0,15 отн.%), инициирующий развитие артеросклеротического процесса. Собственно кальцинаты имеют уплощенно-вытянутую форму с расширениями (до 150 мкм) и извилистыми краями, причем все исследованные – неоднородны, в центральной части содержат органические ткани, прорастая в них. По данным порошковой дифрактометрии (РФА) кальцината, он состоит из гидроксилкарбонатапатита, уширение дифракционных пиков которого указывает на недостаточно хорошую степень окристаллизованности, и также явно содержится рентгеноаморфная фаза.



1.



В

Рис. 2.15.1. Рентгенотомография кальцинатов: А – рентгенограмма, Б – томограмма; В – выделение фаз по системе «TomAnalysis» и Г – гистограмма их % соотношения (сечение сосуда 5 мм). 1 – поперечный срез, верху – зарождение кальцината, сгущение органоминеральной субстанции (увеличено - стрелка), внизу - формирование кальцината в интима; 2 – продольный срез, линейно вытянутый кальцинат с расширениями (увеличение - стрелки), примыкающими к интима: желтое - органические ткани, оранжевое - возможно вивент, синее - гидроксилкарбонат апатит, и коричневое - кальцит (следы).

Выводы: Проведенные исследования показали как неоднородность самой атеросклеротической бляшки, так и разницу в местах начала ее обысвествления, что при сопоставлении с клиническими и лабораторными данными может в дальнейшем помочь прогнозированию течения заболевания, выявить механизмы влияния на данный процесс в целях обеспечения здоровья человека.

Литература

1. Нормативно-методическая документация по аналитическим, минералогическим и технологическим исследованиям // Справочник. Издание третье, дополненное / М.: Федеральный научно-методический центр лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС», 2008.- 152 с.; дополнения к справочнику 2012 г. М.: «ВИМС». 2012.
2. Окроков А.Н. Диагностика болезней внутренних органов. Том 7: Болезни сердца и сосудов М.: Медицинская литература. 2000.
3. Тихонов К.Б. Рентгенологическая симптоматика сердечной недостаточности. Л.: Медицина.-1985.
4. Шевченко О.П., Мишнев О.Д. Ишемическая болезнь сердца. – М.: Реафарм, 2005.

5. Якушина О.А., Ожогина Е.Г., Хозяинов М.С. Рентгеновская вычислительная микротомография - неразрушающий метод структурного и фазового анализа // Мир измерений. 2003. № 10(32). С. 12-17.

6. Sary H.C. The sequence of cell and matrix changes in atherosclerotic lesions of coronary arteries in the first forty years of life // Eur. Heart J. 1990. № 11. Suppl. E. P. 3–19.

Евдокимов Фёдор Александрович, ГБОУ ВПО РНИМУ им. Н.И. Пирогова Минздрава России, ассистент, к.м.н. Тел.: 8 903 157-35-82, e-mail: evd-fa@mail.ru,

2.16. Статистическая конструкция/реконструкция структуры и численное определение эффективных свойств композитных материалов и сред

Карсанина Марина Владимировна¹, Герке Кирилл Миронович², Корост Дмитрий Вячеславович¹, Васильев Роман Викторович

¹Институт динамики геосфер РАН;

²Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова

В последнее десятилетие с развитием как лабораторно-методической базы, так и вычислительных ресурсов, все большую популярность получают методы определения эффективных свойств материалов по данным об их строении [1, 2, 3]. Несмотря на то, что в последнее время стали более доступны томографические методы исследования 3D структуры: рентгеновская томография [4,5] и FIB-SEM [6], подобные методы имеют свои ограничения. В основном, они связаны с разрешением полученных изображений и размерами исследуемых образцов. Еще одним недостатком таких методов является сложность и цена необходимого оборудования, и значительные временные затраты на работу с образцом. Электронная и некоторые другие методы микроскопии позволяют исследовать 2D срезы со

значительно более высокими разрешениями и за очень короткое время. Таким образом, данные о трехмерном строении образца необходимого размера с необходимым разрешением могут быть получены далеко не всегда, в то время как РЭМ изображения легко доступны. В материаловедении представляет интерес определение свойств материалов, которые нелегко измерить лабораторно: наноматериалы, полимеры, soft-matter и т.п. Среди таких свойств могут быть, например, проницаемость, коэффициент диффузии, дисперсия, механические или электрические свойства. Эти свойства можно определить различными численными и теоретическими методами при условии, что точная трехмерная структура материала известна. Поэтому возникает вопрос о возможности реконструкции трехмерной структуры по ее двумерным срезам [7]. Причем речь идет не о точном восстановлении, а о получении статистически равнозначной среды с одинаковыми свойствами [8].

В настоящее время существует три основных подхода для описания и моделирования многофазных материалов и пористых сред: статистические, последовательные (sequential) и морфологические методы. Причем зачастую между ними тяжело провести точную границу, или же применяются гибридные подходы с использованием сразу нескольких методов. К статистическим методам относятся метод корреляционных функций [8,9], multi-point statistics [10,11] и энтропийный методы [12]. Последовательные методы включают в себя различные виды упаковки сфер или гранул. К морфологическим методам относятся все виды выделения различных частей из оригинальных изображений с описанием их формы и размеров, с последующим распределением таких частей в пространстве [13,14]. Статистический метод с использованием корреляционных функций кажется нам одним из наиболее перспективных [7], так как он позволяет: 1) оценить эффективные свойства используя так называемые rigorous bounds, effective media approximation, cluster expansions и т.п. методы; 2) описать микроструктуру статистически; 3) конструировать структуры по некоторому

набору функций. Целью настоящего доклада является демонстрация некоторых возможностей данного подхода на примере образцов керамики.

На Рис. 2.16.1 (слева) показаны примеры корреляционных функций и основная идея их вычисления. Для простоты разберем случай n -точечной функции S_n (multi-point probability), т.е. вероятность нахождения n точек в одной и той же фазе. Рассмотрим некоторую гипотетическую двухфазную среду в n -мерном Евклидовом пространстве ($\mathbb{R}^d$). Рассчитать корреляционную функцию для такой среды можно следующим образом:

$$S_n^{(i)}(\vec{x}_1, \vec{x}_2, \dots, \vec{x}_n) = \langle I^{(i)}(\vec{x}_1) I^{(i)}(\vec{x}_2) \dots I^{(i)}(\vec{x}_n) \rangle, \quad (1)$$

где $\vec{x}$ – вектор координат, а $I^{(i)}(\vec{x})$ – функция индикатор для характеристики бинарной системы ($i=1,2$), определенная как:

$$I^{(i)}(\vec{x}) = \begin{cases} 1, \vec{x} \in V_i \\ 0, \vec{x} \in \bar{V}_i \end{cases}, \quad (2)$$

где $V_i \in \mathbb{R}^d$ – объем, занятый одной из бинарных фракций, а $\bar{V}_i \in \mathbb{R}^d$ – другой. Для статистически гомогенной среды n -точечная корреляционная функция зависит не от абсолютных координат, а от расстояний относительно друг друга, то есть:

$$S_n^{(i)}(\vec{x}_1, \vec{x}_2, \dots, \vec{x}_n) = S_n^{(i)}(\vec{x}_{12}, \dots, \vec{x}_{1n}) \quad (3)$$

для всех $n \geq 1$, где $\vec{x}_{ij} = \vec{x}_i - \vec{x}_j$. Значение 1-точечной корреляционной функции будет постоянным в любой точке и равно объемной доли бинарной фракции i :

$$S_1^{(i)} = \langle I^{(i)}(\vec{x}) \rangle = \phi_i, \quad (4)$$

что есть не что иное, как вероятность того, что случайно выбранная точка принадлежит фазе i . Корреляционная функция с $n=2$ определяется как:

$$S_2^{(i)}(\vec{x}_1, \vec{x}_2) = \langle I^{(i)}(\vec{x}_1) I^{(i)}(\vec{x}_2) \rangle \quad (5)$$

и является наиболее важной функцией для описания случайных сред [7,15,16]. Данное выражение имеет смысл вероятности нахождения точек x_1 и x_2 в фазе i . Реконструкция производится по заданному набору

корреляционных функций: $f_n^\alpha(\vec{r}_1, \vec{r}_2, \dots, \vec{r}_n)$, где α – тип функции. Разницу между статистическим описанием для двух сред можно рассчитать в виде суммы квадратов разностей между значениями функций:

$$E = \sum_{\vec{r}_1, \vec{r}_2, \dots, \vec{r}_n} \sum_{\alpha} [f_n^\alpha(\vec{r}_1, \vec{r}_2, \dots, \vec{r}_n) - \tilde{f}_n^\alpha(\vec{r}_1, \vec{r}_2, \dots, \vec{r}_n)]^2, \quad (6)$$

где f_n^α и $\tilde{f}_n^\alpha$ – значения функций для двух сред (при реконструкции это восстановленная и контрольная среды, соответственно). Определенную таким образом «энергию» E можно рассматривать как некое состояние системы. Для оптимизации значения энергии отлично подходит метод «закалки» (simulated annealing), который широко используется для решения проблем нахождения минимума энергии среди локальных экстремумов. Для реконструкции достаточно взять случайную среду и начать переставлять в ней пиксели (Рис. 2.16.1, справа), на каждом шаге проверяя, как меняется энергия согласно формуле (6). Однако ввиду незнания структуры в начале таких перестановок имеет смысл делать больше перестановок, даже если они не приводят к уменьшению E . Для данной цели отлично подходит следующий алгоритм (Metropolis rule), когда вероятность того, что случайная перестановка принимается, записывается как:

$$P(E_{old} \rightarrow E_{new}) = \begin{cases} 1, \Delta E < 0 \\ \exp(-\Delta E / T), \Delta E \geq 0 \end{cases}, \quad (7)$$

где $\Delta E = E_{new} - E_{old}$.

Начальная температура устанавливается так, чтобы вероятность принятия случайной перестановки при $\Delta E \geq 0$ равнялась 0.5. Помимо two-point probability были предложены следующие функции: 1) кластерная функция (C_2 , cluster function); 2) линейная функция (L_2 , lineal path function); 3) функция хорды (chord length function); 4) различные функции поверхностей (например, surface-void function и surface-surface function); 5) функция размера пор (pore-size function) [3]. Кластерная функция (C_2) представляет собой вероятность того, что оба конца отрезка находятся внутри одного кластера (см. Рис.), и таким образом описывает связность структуры, что

особенно важно для большинства пористых сред. В этом заключается ее отличие от 2-точечной корреляционной функции (S_2), которая описывает вероятность только того, что обе точки находятся в одной фазе. Линейная функция (L_2) представляет собой вероятность, что весь отрезок находится в одной фазе. Функция хорды представляет собой вероятность найти отрезок некоторой длины на линии пересекающей весь домен и связана с линейной функцией. Различные функции поверхности описывают вероятность того, что обе точки находятся на поверхности разделения фаз или в ее окрестности. Функция размера пор есть вероятность нахождения центра сферы на расстоянии до твердой фазы.

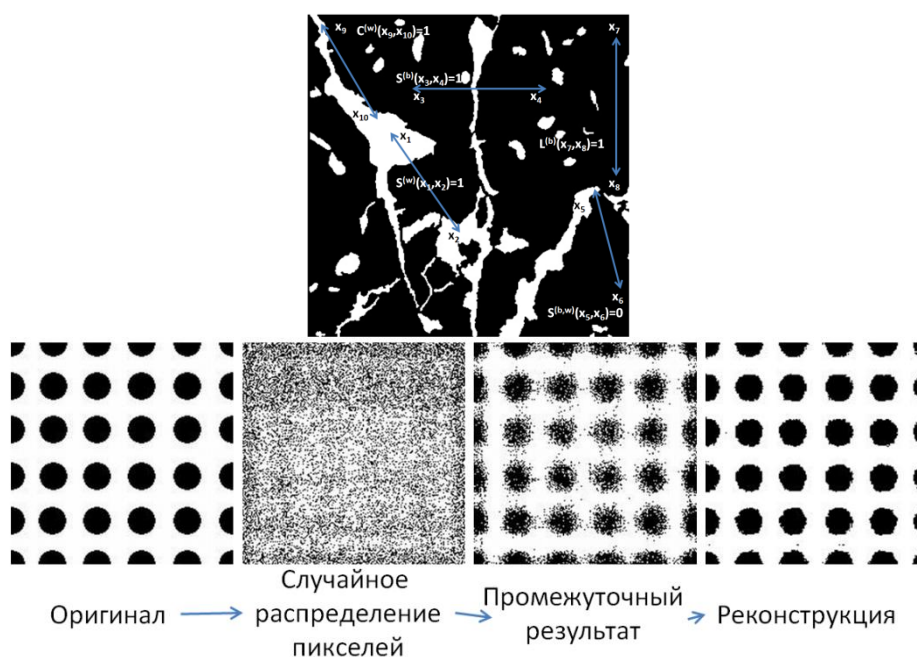


Рис. 2.16.1. Схематичное изображение алгоритмов вычисления некоторых (S_2 , L_2 , C_2) корреляционных двухточечных функций (слева) и последовательной перестановки пикселей согласно методу *simulated annealing* (справа).

Для верификации разработанных алгоритмов три образца керамики были отсканированы в рентгеновском микротомографе SkyScan-1172 с высоким разрешением (2.24 мкм). Из каждого стека изображений были вырезаны кубы со стороной в 500 вокселей. Эти трехмерные изображения (Рис. 2.16.2) или же только 2D срез со средним значением пористости (Рис. 2.16.3) использовались для расчета корреляционных функций, по которым

потом проводились реконструкции. Из изначальных изображений и реконструкций выделялись сеточные модели методом вписанных сфер. В дальнейшем по выделенным моделям порового пространства рассчитывались распределения пор по размерам и проницаемости. Качество реконструкций оценивалось по сходимости этих параметров для томографических снимков и их реконструкций.

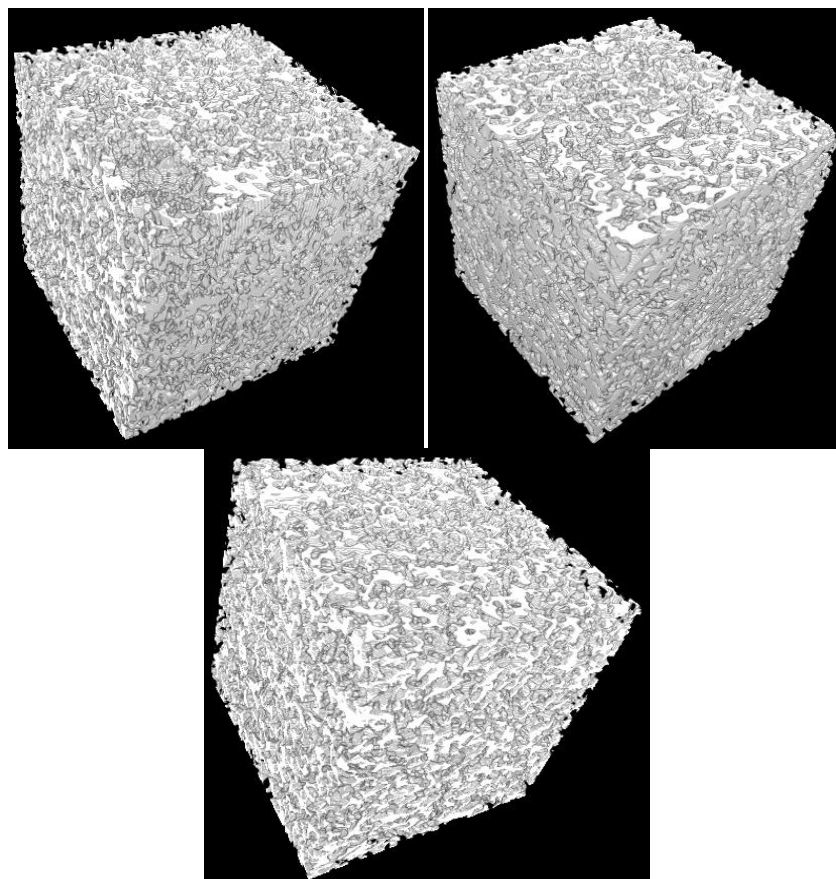
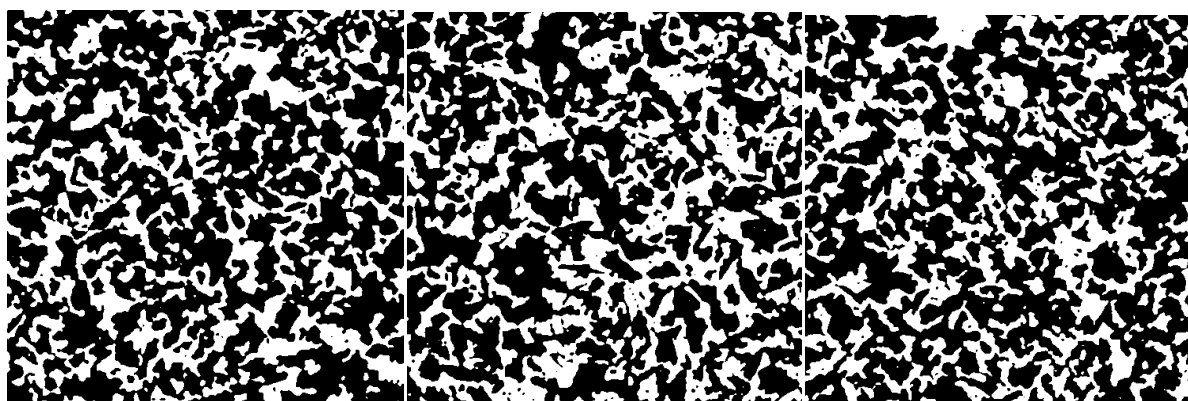


Рис. 2.16.2. Трехмерные визуализации вырезанных из томографических снимков керамики кубов: слева на право образцы 1-3.



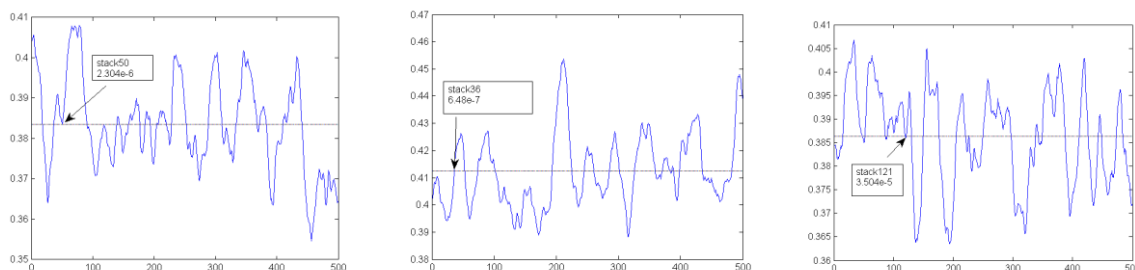


Рис. 2.16.3. Двухмерные срезы через образцы, показанные на Рис.2 (нумерация та же слева на право). Снизу показаны флуктуации пористости в срезах и выбранные для реконструкции изображения с пористостью, наиболее близкой к средней по объему.

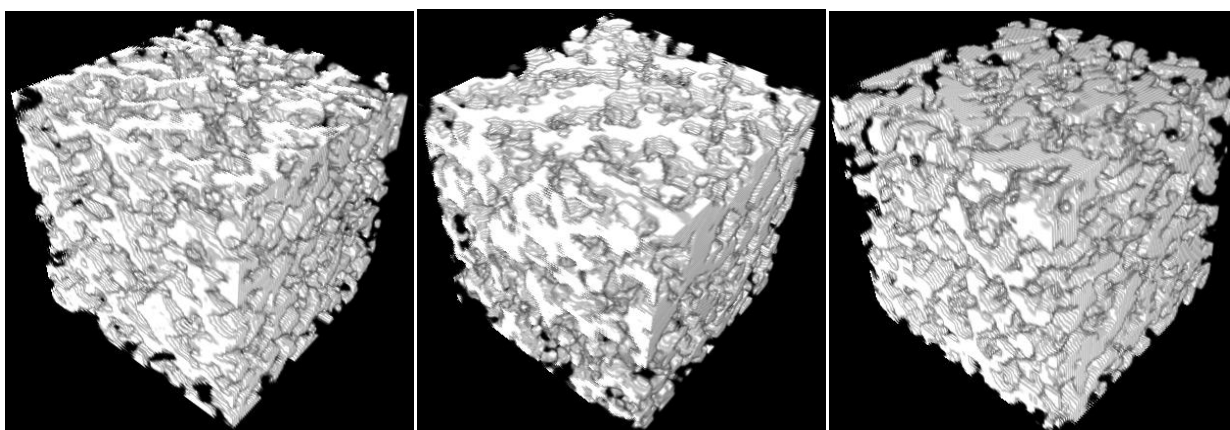


Рис. 2.16.4. Примеры полученных реконструкций для образцов, показанных на Рис.2 (следует отметить, что размеры образцов на Рис.2 и Рис.4 разные - 500^3 и 200^3 вокселей соответственно).

Примеры полученных реконструкций показаны на Рис. 2.16.4. Рассчитанные по реконструированным изображениям эффективные транспортные свойства (абсолютные проницаемости) оказались в соответствии со значениями, рассчитанными по томографическим снимкам. Ошибка определения проницаемости составляла от 10 до 100 процентов, в зависимости от набора корреляционных функций, использованного при реконструкции. В докладе обсуждаются основные проблемы методов, различия в результатах, полученных при использовании различных функций, и будущие направления для улучшения получаемых реконструкций. В будущем также представляет интерес расчет большего количества эффективных свойств - электрических, диффузионных, дисперсионных и т.п.

Благодарности

Авторы благодарят проф. Воеводина В.В. и к.ф.-м.н. Брызгалова П.А. за помощь в организации высокопроизводительных вычислений на суперкомпьютере Чебышев (НИВЦ МГУ).

Литература

1. Герке К.М., Корост Д.В. Применение высокопроизводительных вычислительных методов для определения свойств пород-коллекторов. // Сборник материалов 2-й научно-практической конференции «Суперкомпьютерные технологии в нефтегазовой отрасли», 2011 (http://www.hpc-oilgas.ru/hpc-oilgas/files/019_Gerke.pdf).

2. Герке К.М., Корост Д.В., Васильев Р.В., Карсанина М.В. Интерграция микропористости в петрофизические модели. // Сборник материалов 3-й научно-практической конференции «Суперкомпьютерные технологии в нефтегазовой отрасли», 2012.

3. Torquato S., Random Heterogeneous Materials: Microstructure and Macroscopic Properties (Springer-Verlag, New York, 2002).

4. Корост Д.В., Калмыков Г.А., Япаскурт В.О., Иванов М.К. Применение компьютерной микротомографии для изучения строения терригенных коллекторов. // Геология нефти и газа. 2010. №2, с. 36-42.

5. Gerke K.M., Skvortsova E.B., Korost D.V. MicroCT study of soil structure: current perspectives and some results for Russian soils. // Eurasian Soil Science, 2012, 45(7): 700-709.

6. Joos J., Carraro Th., Weber A., Ivers-Tiffée E. Reconstruction of porous electrodes by FIB/SEM for detailed microstructure modeling. // Journal of Power Sources, 2011, 196: 7302-7307.

7. Карсанина М.В., Васильев Р.В., Герке К.М., Корост Д.В. Статистически-морфологическое описание, моделирование и реконструкция структуры пород-коллекторов. // Сборник материалов 2-й научно-практической конференции «Суперкомпьютерные технологии в нефтегазовой отрасли», 2011 (http://www.hpc-oilgas.ru/hpc-oilgas/files/020_Karsanina.pdf).

8. Yeong C.L.Y., Torquato S., 1998b. Reconstructing random media. II. Three-dimensional media from two-dimensional cuts. // Phys. Rev. E, 58: 224-233.
9. Yeong C.L.Y., Torquato S. Reconstructing random media. // Phys. Rev. E. 1998a. 57: 495-506.
10. Okabe H., Blunt M.J. Pore space reconstruction of vuggy carbonates using microtomography and multiple-point statistics. // Water Resour. Res., 2007, 43:0043-1397.
11. Tahmasebi P., Hezarkhani A., Sahimi M. Multi-point geostatistical modeling based on the cross-correlation functions. // Computational Geosciences, 2012, 16: 779-797.
12. Piasecki R. Microstructure reconstruction using entropic descriptors. // Proc. R. Soc. A. 2011. 467: 806 – 820.
13. Biswal B., Øren P.-E., Held R.J., Bakke S., Hilfer R. Towards precise prediction of transport properties from synthetic computer tomography of reconstructed porous media. // Phys. Rev. E. 2009. 80: 041301.
14. Biswal B., Øren P.-E., Held R.J., Bakke S., Hilfer R. Stochastic multiscale model of carbonate rocks. // Phys. Rev. E. 2007. 75: 061303
15. Jiao Y., Stillinger F.H., Torquato S., 2010. Geometrical ambiguity of pair statistics. II. Heterogeneous media. // Phys. Rev. E, 82: 011106.
16. Jiao Y., Stillinger F.H., Torquato S., 2009. A superior descriptor of random textures and its predictive capacity. // PNAS, 106: 17634.

Карсанина Марина Владимировна, ИДГ РАН. Тел.: 8-963-635-7997, e-mail: mary_o_kors@list.ru

2.17. Изменение вулканогенных пород кошелевского вулкана (ю.

**Камчатка) под воздействием гидротермальных процессов (по
экспериментальным данным)**

Шанина Виолетта Валерьевна¹, Герке Кирилл Миронович², Бычков Андрей

Юрьевич¹, Корост Дмитрий Вячеславович¹

¹Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,

²Институт динамики геосфер РАН

В настоящее время приоритетное значение имеет развитие возобновляемых источников энергии, одним из которых является тепло, содержащееся в недрах Земли. Это особенно актуально в областях развития активного вулканизма, где сложно добывать или доставлять и использовать традиционные источники энергии (Kelly, 2011; O'Sullivan, 2010). В середине прошлого века появляются экспериментальные работы, посвященные преобразованию пород под воздействием гидротермальных процессов, но до сих пор большинство исследований посвящены изменению минерального состава. Остается малоизученным изменение свойств пород в режиме реального времени, что особенно важно в районах действующих геотермальных электростанций и сказывается на безаварийной работе оборудования.

В нашей работе мы исследовали изменение состава, строения и свойств андезитов и базальтов Кошелевского вулкана (Ю. Камчатка) под воздействием гидротермальных процессов посредством проведения лабораторных и натурных экспериментов. Лабораторные эксперименты продолжительностью 30 суток проводились при температуре 300 °С и давлении 86 бар в двух растворах, отличающихся кислотно-щелочными условиями. Для опытов использовались автоклавы, состоящие из титанового сплава ВТ-8, объемом 67-119 мл, в каждый из которых помещалось от 2 до 6 подготовленных образцов пород изученного состава и свойств. Температура проведения экспериментов была выбрана с учетом знаний о природных условиях гидротермальной системы Кошелевского вулкана (глубинная температура 291 °С, определена Na-K-Ca-геотермометром (Сережников и др., 1982)). Состав искусственного гидротермального раствора «щелочной» (pH=8,2) был выбран по литературным данным (Эллис, 1982). При создании «кислого» раствора (pH=5,5) в исходный «щелочной» добавляли щавелевую

кислоту для доведения содержания CO_2 до 10 моль/% (5,5 моль/кг), в условиях нагрева данная кислота разлагается с выделением CO_2 , содержание которого влияет на pH раствора. Натурные эксперименты длительностью год проводились на территории Нижне-Кошелевского термального поля, как в кипящих котлах с очень горячими (по классификации ГОСТ 17.1.1.02-77) водами с температурой от 42 до 100 °С, так и в чехле гидротермальных глин с такими же температурными условиями для изучения изменения пород при гидротермальных преобразованиях без активного участия растворов. В ходе лабораторных экспериментов было изучено 10 образцов вулканогенных пород, в ходе натурных – 40 в кипящих котлах и 33 в чехле гидротермальных глин.

По свойствам изученные породы делятся на три группы: 1) массивные андезиты (пробы НК-1/09-1, -1с, -2, -3) – самые плотные (2,45-2,51 г/см³), с минимальной плотностью твердой компоненты (2,68-2,76 г/см³) (табл. 1), что согласуется с их составом – наибольшим содержанием SiO_2 (62,7-64,1%), пористостью (6-11%) и гигроскопической влажностью (0,1-0,4%), с максимальной прочностью на одноосное сжатие (94-168 МПа); 2) пористые андезиты (SiO_2 53,10%, проба НК-100-3) и базальты (SiO_2 53,10%, НК-100-1) – средней: плотности (2,23-2,25 г/см³), пористости (21-24%), абсолютной проницаемости (2,98 мД) (табл. 2), гигроскопической влажности (0,4-0,5%) и прочности (39-55 МПа); 3) шлаки (НК-100-2, -102 и -110) – наименьшей плотности (0,97-1,73 г/см³) и прочности (7-12 МПа), максимальной: пористости (40-66%), количеству каналов у одной поры (5,76) по средним значениям, абсолютной проницаемости (3,94 мД) и гигроскопической влажности (0,5-0,6%), с минимальными скоростями прохождения упругих волн (продольных 2,65-3,30 км/с и поперечных 1,65-2,05 км/с).

С использованием компьютерной рентгеновской микротомографии было изучено 6 образцов вулканогенных пород. Исследование проводилось на сканере Skyscan1172 при напряжении 100 кВ и силе тока 100 мкА. Разрешение съемки для всех образцов составляло 6,71-7,01 мкм. В процессе

сканирования накапливается пакет изображений из сотен теневых проекций, из которых после математической реконструкции получается стек двухмерных изображений (рис. 2.17.1 а, б) (Stock, 2009). Для сегментации (бинаризация по среднему значению между пиками гистограммы интенсивности), получения объемных изображений (рис. 2.17.1 в, г) и некоторых количественных оценок, полученные картины рентгеновской плотности обрабатывались в программах компании SkyScan и ImageJ. С помощью специально разработанных программных комплексов (Герке, Корост, 2011) из отсегментированного пустотного пространство были выделены сеточные модели, где с помощью кластеризации вписанных сфер выделялись крупные образования – поры (pore bodies), и соединяющие их каналы (pore throats) (рис. 2.17.1 д-л). Помимо общей статистики распределения пор по размерам по выделенной модели рассчитывались абсолютные проницаемости и параметр пористости (табл. 2.17.2). Ввиду незначительной пористости андезита НК-1/09-1с (7,1%) и ультрамелкого характеристического размера пор, проведение количественных оценок пористости и проницаемости по 3D-моделям для подобных пород затруднено из-за слишком малой точности. В будущем для подобных образцов pore-scale моделирование предполагается проводить на реконструкциях, получаемых статистическими или последовательными методами (Vasilyev et al., 2012).

Таблица 2.17.1

Свойства исходных андезитов и базальтов Кошелевского вулкана

Проба	ρ , г/см ³	ρ_s , г/см ³	n, %	n _о , %	W _g , %	W _в , %	V _p , км/с	V _{pB} , км/с	V _s , км/с	μ	Ед, ГПа	R _c , МПа	$\square \cdot 10^3$ СИ
НК-1/09-1с	2,51	2,68	6,3	4,5	0,1	1,8	4,10	4,95	2,30	0,18	37,1	151	28,3
НК-1/09-1	2,50	2,69	7,2	4,6	0,2	1,8	3,95	5,05	2,30	0,23	34,9	168	29,4
НК-1/09-2	2,47	2,76	10,5	5,1	0,4	2,1	4,05	4,90	2,50	0,16	35,8	94	23,2
НК-1/09-3	2,45	2,70	9,3	4,9	0,3	2,0	3,85	4,95	2,25	0,23	31,9	122	25,0
НК-100-1	2,25	2,86	21,3	10,0	0,5	4,5	4,15	5,15	2,40	0,24	32,2	55	41,2

НК-100-3	2,23	2,93	23,8	11,6	0,4	5,2	4,05	5,15	2,35	0,26	29,6	39	49,0
НК-100-2	1,51	2,87	47,5	16,6	0,5	11,0	3,30	4,10	2,05	0,17	15,0		32,2
НК-102	0,97	2,87	66,2	49,7	0,5	51,4	2,75	2,65	1,65	0,16	6,6	7	10,1
НК-110	1,73	2,86	39,6	25,0	0,6	14,5	2,65	3,40	2,00	0,25	11,1	12	52,7

Примечание: ρ - плотность, г/см³; ρ_s - плотность твердой компоненты, г/см³; n - пористость, %; n_o - открытая пористость, %; W_g - гигроскопическая влажность, %; W_b - водопоглощение, %; V_p и V_{pv} - скорость прохождения продольных волн в воздушно-сухом и водонасыщенном состояниях, км/с; V_s - скорость прохождения поперечных волн, км/с; μ - коэффициент Пуассона; E_d - динамический модуль упругости, ГПа R_c - прочность на одноосное сжатие, МПа; $\chi \cdot 10^{-3}$ - магнитная восприимчивость, ед. СИ.

Таблица 2.17.2

Данные компьютерной рентгеновской микротомографии и выделенных pore-network моделей для исходных и измененных образцов пористых базальтов (НК-100-32 и -34) и шлака (НК-102-9 (исходная общая пористость 70,8 %, открытая - 52,6%) и -30)

Параметр	Исходные			Измененные			
	НК-102-30	НК-100-1-32	НК-100-1-34	НК-102-30	НК-100-1-32	НК-100-1-34	НК-102-9
Пористость (по 3D изображениям), %	37,0	8,2	5,6	32,7	9,5	5,6	38,0
Количество пор	184892	28790	40345	175066	36611	34829	130922
Количество каналов	535303	20183	21179	405744	27015	18047	279500
Среднее число соединений	5,76	1,37	1,03	4,61	1,45	1,02	4,24
Среднее отношение длины канала к его радиусу	18,9	14,6	13,9	18,5	14,8	13,9	20,7
Абсолютная проницаемость (мД)	3,94	2,98	0	3,35	4,19	0	2,01
Параметр пористости	3,9	251,9	0	5,1	156,8	0	6,8
Максимальный объем поры, мм ³	2,06	3,82	0,10	1,99	4,62	0,13	3,71
Средний объем поры, мм ³	0,004	0,002	0,0005	0,004	0,002	0,0006	0,003
Максимальный радиус пор, мм	0,36	0,39	0,16	0,36	0,43	0,17	0,59
Средний радиус пор, мм	0,038	0,027	0,020	0,037	0,027	0,021	0,029
Максимальный радиус каналов, мм	0,25	0,18	0,10	0,25	0,19	0,10	0,35
Средний радиус каналов, мм	0,016	0,016	0,011	0,016	0,015	0,011	0,011
Максимальная длина каналов, мм	3,09	4,07	1,15	3,08	4,17	1,08	3,33
Средняя длина каналов, мм	0,37	0,28	0,17	0,37	0,28	0,18	0,30
Пористость*, %	63,6	21,1	20,2	65,4	23,0	23,2	68,0
Открытая пористость*, %	48,8	11,6	10,0	46,1	17,9	22,8	

Примечание: *- общая пористость определялась по соотношению плотности твердой компоненты грунтов (ρ_s) и плотности пород в воздушно-сухом состоянии (ρ) по формуле: $n=(\rho_s-\rho)/\rho_s$; открытая пористость пород (n_o) рассчитывалась по формуле: $n_o=\rho \cdot W$, где W - величина водопоглощения, %.

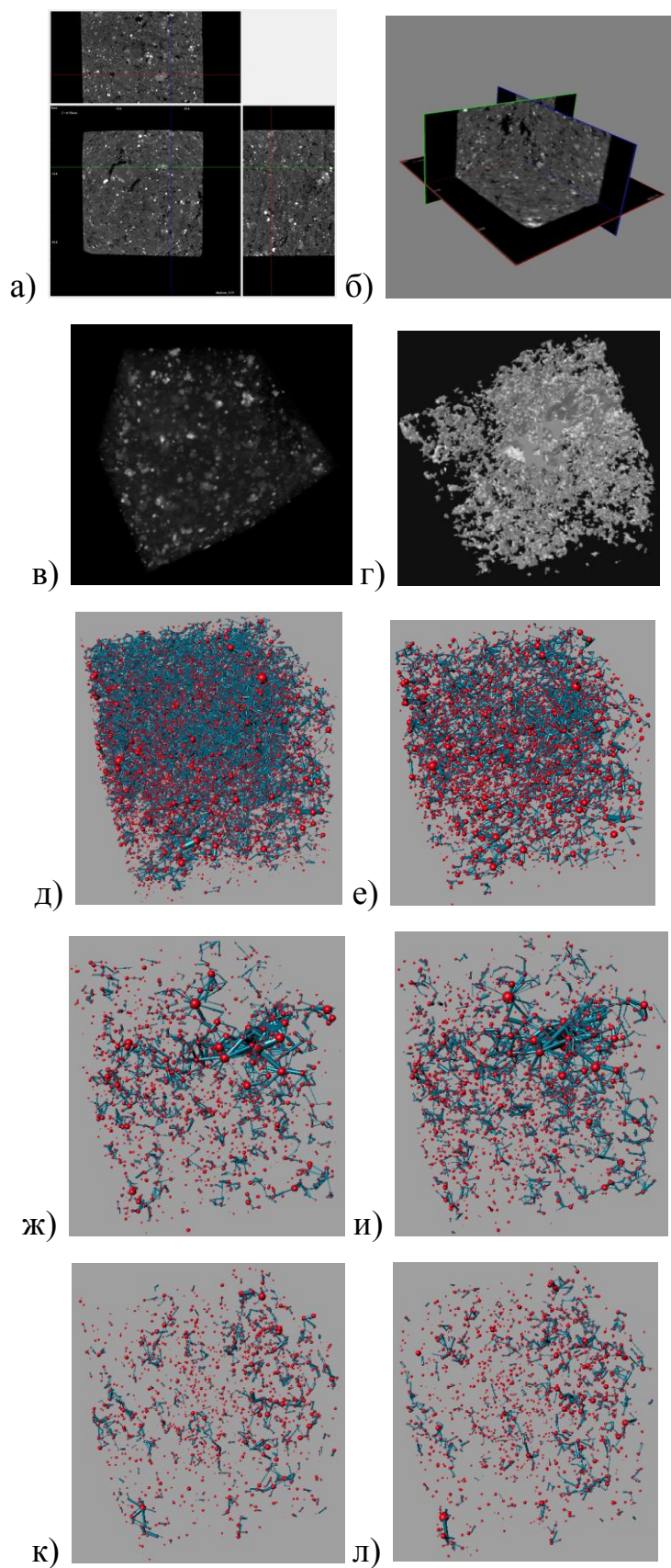


Рис. 2.17.1. Изображения образцов пород: в ортогональных сечениях (исходные: а) НК-100-1-34, б) НК-100-1-32); в) визуализация расположения тяжелых минералов в образце шлака НК-102-30; г) визуализация строения порового пространства образца базальта НК-100-1-32; сеточные модели пустотного пространства исходных (д, ж, к) и измененных (е, и, л) вулканогенных пород, образцы: НК-102-30 (д и е), НК-100-1-32 (ж и и), НК-100-1-34 (к и л)

В результате воздействия высокой температуры (300 °С), давления (86 бар) и разных по химическому составу растворов происходит изменение состава, строения и свойств исследованных пород. На открытой поверхности образцов и в крупных порах отмечается образование новых минералов: в щелочном растворе – незначительного количества хлорита, которого так мало, что это не отразилось на результатах количественного рентгеноструктурного анализа, в кислом – большого количества иллита (8-20%), монтмориллонита (2-35%) и актинолита, лучистые агрегаты которого способствовали закрытию пор и каналов, что отразилось в уменьшении открытой пористости пород и пористости, рассчитанной по 3D изображениям (шлак НК-102-30) (табл. 2.17.2). Изменение порового пространства сказывается на абсолютной проницаемости пород, в шлаках она уменьшается. Полученные по стандартным методикам оценки пористости (Лабораторные работы, 2008) выше расчетных значений по изображениям, так как физический объем образца превосходит размеры изображений, закладываемые для построения 3D моделей, а также часть микропористости находится за пределами разрешающей способности прибора, что отражается на получаемых заниженных значениях пористости. В шлаках существенно снизилось среднее число соединений пор и каналов, что и повлекло снижение абсолютной проницаемости пород. В результате лабораторных опытов тенденция изменения свойств исследованных пород Кошелевского вулкана аналогична наблюдаемой при натуральных экспериментах - при сохранении объемной плотности пород, существенно изменилась плотность твердой компоненты грунтов, последнее связано с новообразованными минералами, обогащенными железом. Наиболее существенное влияние на изменение свойств исследованных пород оказали

их первичные особенности. Плотные андезиты подверглись наименьшим преобразованиям, чему способствовала, в первую очередь, их низкая открытая пористость (до 5%), которая после гидротермального воздействия еще уменьшилась. Максимальные изменения наблюдаются в средней группе пород, что в первую очередь связано с увеличением открытой пористости на 60-80%, произошедшие преобразования структуры порового пространства сказались на ухудшении прочностных и деформационных свойств пород даже при неизменившейся плотности. Увеличение открытой пористости и уменьшение прочности пород на одноосное сжатие связано с увеличением трещиноватости из-за расклинивающего давления взаимодействующего раствора и эффекта Ребиндера, которому подвержены, прежде всего, ультратонкие микротрещины.

Натурные эксперименты, проведенные в глинистом чехле на территории Нижне-Кошелевского термального поля, больше соответствуют условиям диффузионного метасоматизма в застойных поровых растворах. Изменение свойств андезитов и базальтов за год - снижение плотности пород (может быть связано с тем, что выщелачивание и растворение минералов идут быстрее, чем образование новых, из-за отсутствия свободного пространства для их роста), сохранение акустических свойств пород (скорости распространения упругих волн), снижение магнитной восприимчивости за счет разрушения ферромагнитных минералов. Наблюдаемые изменения свойств в целом согласуются с результатами годовых экспериментов в кипящих котлах.

Большинство традиционных методов изучения проницаемости пород приводит к нарушению структуры исследуемой пористой среды, что особенно необходимо избегать в случае экспериментальных работ, когда проводится сравнение свойств исходных и измененных пород. В данной ситуации эффективно использовать расчеты абсолютной проницаемости, выполненные по данным рентгеновской микротомографии, также, как и проводить качественную оценку изменения порового пространства пород,

так как расчеты пористости по стандартной методике основаны на использовании данных о плотности твердой компоненты грунтов и в первую очередь отражают ее изменение. Компьютерная томография является единственным методом позволяющим изучить поровое пространство образцов пород до и после экспериментов без изменения его структуры и разрушения образца.

Литература

Герке К.М., Корост Д.В. Применение высокопроизводительных вычислительных методов для определения свойств пород-коллекторов // Научно-практическая конференция "Суперкомпьютерные технологии в нефтегазовой отрасли". МГУ, Москва, 2011.

ГОСТ 17.1.1.02-77. Охрана природы. Гидросфера. Классификация водных объектов. М.: Главное управление гидрометеорологической службы при СМ СССР. 1977. 13 с.

Лабораторные работы по грунтоведению: Учеб. Пособие/ В.А. Королев, Е. Н. Самарин, С. К. Николаева и др.; Под ред. В.Т. Трофимова и В.А. Королева. - М.: Высшая школа, 2008. – 519 с.

Эллис А. Дж. Исследованные геотермальные системы // Геохимия гидротермальных рудных месторождений. М.: Мир. 1982. с. 497-577.

Kelly G. History and potential of renewable energy development in New Zealand // Renewable and Sustainable Energy Reviews 15. 2011. Pp. 2501–2509.

O’Sullivan M., Yeh A., Mannington W. Renewability of geothermal resources // Geothermics 39. 2010. Pp. 314–320.

Stock Stuart R. MicroComputed Tomography: methodology and applications. CRC Press Taylor & Francis Group. 2009. 336 p.

Vasilyev R.V., Gerke K.M., Karsanina M.V., Korost D.V. Sequential and gravitational algorithms for soil and other porous media modeling. Geophysical Research Abstracts Vol. 14, EGU2012-967.

Шанина Виолетта Валерьевна, Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, аспирант, магистр. Тел.: 8-910-436-6119; 8(495)939-16-56, e-mail: viosha@mail.ru.

2.18. Использование томографии полноразмерного керна

Для определения емкостных свойств трещиноватого коллектора

Шалдыбин Михаил Викторович, Лопушняк Юрий Михайлович,

Жуковская Елена Анатольевна, Парначев Сергей Валерьевич

Открытое акционерное общество «Томский научно-исследовательский и проектный институт нефти и газа» (ОАО «ТомскНИПИнефть»)

Одной из актуальных проблем при изучении керна нефтегазоносных отложений остается диагностика и распознавание структуры пустотного пространства горных пород, являющихся коллекторами нефти и газа. Пустоты в горных породах представлены такими объемами, которые геологами классифицируются как пористость (общая и эффективная), кавернозность, сообщаемость, трещиноватость (открытая и закрытая) и др. Используя методы компьютерной рентгеновской томографии керна, можно с высокой степенью достоверности диагностировать структуру пустотного пространства природного коллектора, который может содержать жидкие полезные ископаемые, представленные в данном случае углеводородами или водой.

С целью обнаружения и геометрической визуализации порово-проницаемой структуры коллектора были проанализированы карбонатные нефтемещающие горные породы одного из месторождений Томской области. По скважине томографии подверглось более 12 метров полноразмерного керна.

Сканирование керна проводилось на рентгеновском томографе РКТ-180 – современном образце аналитического оборудования для томографии полноразмерного керна. Применяемая методика позволяет проводить рентгеновскую томографию, как отдельных образцов керна (цилиндров), так и полноразмерного керна, что даёт возможность проводить томографию, в том числе, и изолированного, сильно трещиноватого керна не вынимая его из тубусов, не подвергая его при этом воздействию атмосферы и не нарушая его целостности. Максимально возможный диаметр керна 100 мм, длина – 1м. Минимальный размер ограничен разрешающей способностью прибора. Томограф РКТ-180 имеет следующие характеристики: разрешение в трех измерениях 0.4 мм, по контрасту – 0.2 %. Для визуального наблюдения доступны трещины 50-100 мкм, для численных характеристик – от 200 мкм и выше.

Программно-аналитический модуль рентгеновского томографа ПО TomoCore© позволяет в полуавтоматическом режиме распознавать плотностные неоднородности образцов керна (трещины, каверны, включения, прослои и пр.) и на количественном уровне выполнять интерпретацию томограмм и оценивать:

- геометрические размеры (протяженность и раскрытость трещин, объем и площадь поверхности каверн) как отдельных элементов, так и статистические параметры пустотного пространства в изучаемом фрагменте керна. Координаты (X, Y, Z);

- линейные размеры;
- пространственную ориентировку плоскостных и линейных объектов (азимут и угол падения);

- объем объекта;

- площадь поверхности объекта;

- среднюю плотность (массовый коэффициент поглощения);

- среднее отклонение плотности;

и выполнять визуализацию выделенных типов неоднородностей.

Описание результатов томографии проводится послойно относительно каждого образца/интервала, с равным шагом деления образца на срезы для выявления всех имеющихся неоднородностей. Выделение типов неоднородностей проходит по морфологии (каверны, трещины и т.д.) и по плотностным характеристикам (вещественный состав). Тип неоднородностей устанавливается при визуализации томограмм и по соотношению линейных размеров, плотностные группы выделяются с учётом особенностей расположения их в породе и по данным рентгеновской плотности (яркости участков томограмм). Далее, используя калибровочные кривые физической плотности и яркости, устанавливается реальная плотность типа неоднородности и присваивается им вещественная характеристика, дополнительно подтвержденная иными видами анализа (петрографический, рентгенофазовый и др.)

Создание продольных и поперечных срезов для включения в итоговый отчёт проводится посредством выделения необходимого участка и загрузки его в память ПО, затем на данном участке породы выбираются нужные, наиболее представительные по неоднородностям, срезы и сохраняются в формате «*.jpeg». Визуализация образца в 3D – исполнении строится на основе загруженных плотностных групп имеющихся неоднородностей и данных количественного расчёта.

На рисунке 2.18.1 приведен пример интерпретации 1 метра полноразмерного керна для изученного месторождения. Здесь отчетливо просматривается керн до и после ревизии и выемки из пластиковых контейнеров. Хорошо видно, что в керне имеются как интенсивно разрушенные интервалы, вплоть до образования щебня и крупных обломков так и интервалы с неразрушенным керном. Объем пустотности был высчитан с шагом 10 см. В него, как предполагается, входит все пространство, связанное с открытой трещиноватостью, а также изолированные пустоты. В ходе анализа томограмм установлено, что каверновая пустотность либо

отсутствует, либо ее вклад для данного керна незначителен. Для интервала 20 см (слой 2 и 3) показана его 3D-визуализации.

Анализ томограмм в целом, их обработка и подсчет неоднородностей показал, что пустотность дезинтегрированного (сильноразрушенного) керна составляет более 1 % от его объема (см. слой 8-10). Участки с неразрушенным керном показали общий объем пустот в среднем около 0,4 %. Предполагается, что основная часть проанализированного керна с объемом пустоты, в среднем 0,6-0,7 % подверглась техногенному воздействию с образованием добавочной искусственной трещиноватости. Кроме того, некоторый объем пустот связан с изолированными порами, которые также необходимо вычесть из общего пустотного пространства. Таким образом, представляется, что среднее значение объема эффективной трещинной пустотности для данного карбонатного коллектора нефти располагается в диапазоне 0,3-0,35 %. Эти данные по всем слоям были заложены в подсчетные параметры для построения геологической модели месторождения и которые позволили в том числе оценить объем коллектора занятого полезным компонентом (углеводородами).

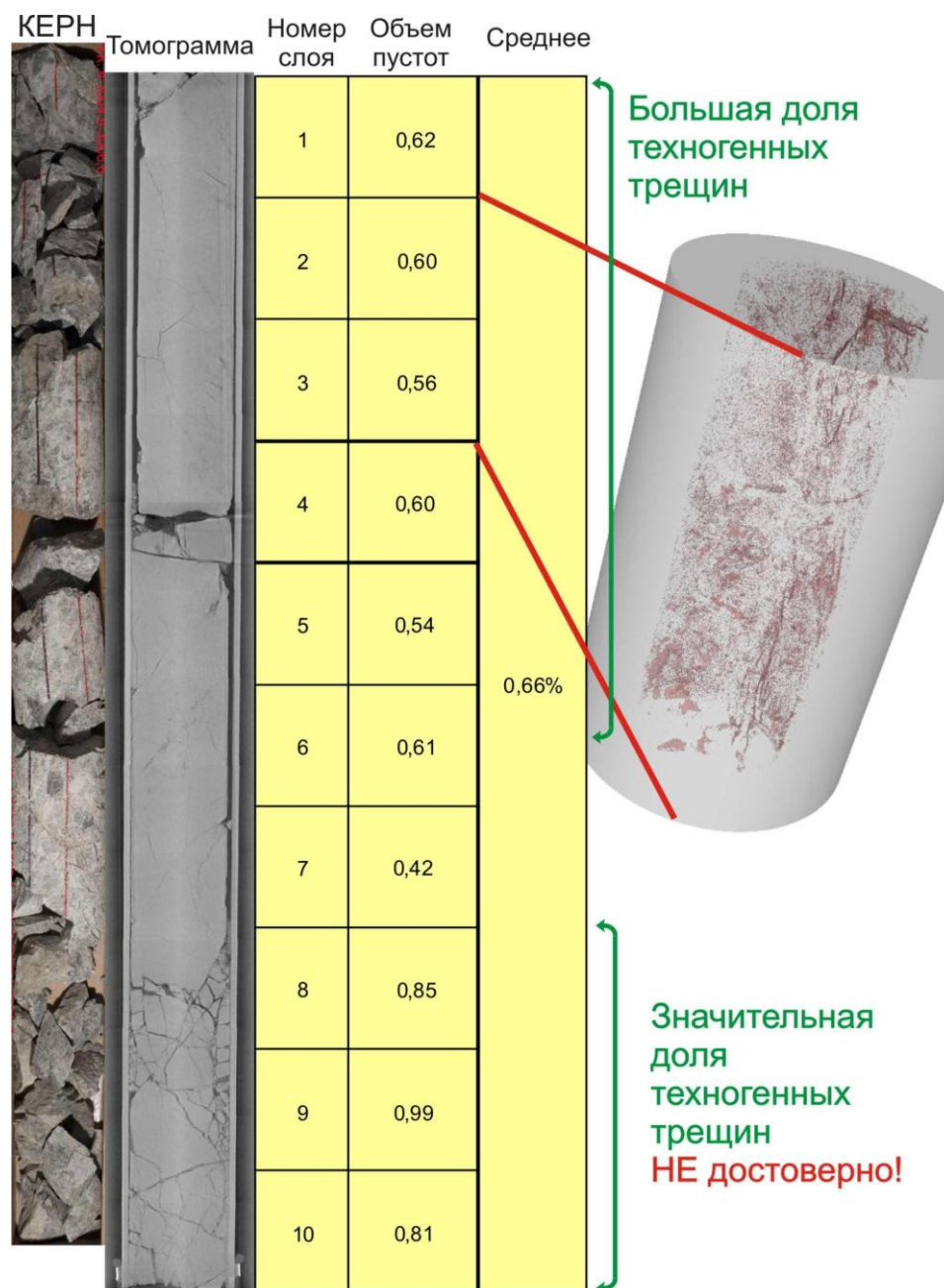


Рис. 2.18.1. Фотографии керна, продольный срез томограммы керна (до извлечения из контейнеров), количественная оценка пустотного пространства карбонатного керна с шагом 10 см, 3-D визуализация участка керна.

Использование томографии полноразмерного изолированного керна для данного объекта позволило решить две геологические задачи:

во-первых, осуществить контроль качества керна непосредственно в контейнерах до его извлечения и ревизии - опережающий контроль;

во-вторых, примененная нами методика оценки объема пустого пространства керна позволила вычислить количество пустот в керне и

увязать их с распределением емкостных характеристик карбонатного коллектора.

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКЛАДЫ 2-ГО ДНЯ КОНФЕРЕНЦИИ

3.1. Станция «рентгеновская топография и микротомография» курчатовского источника синхротронного излучения. Примеры реконструкций биологических и небιологических образцов

Сенин Роман Алексеевич, Хлебников Александр Сергеевич

НИЦ «Курчатовский институт»

Курчатовский источник синхротронного излучения – междисциплинарный центр, в котором проводятся исследования на пучках рентгеновского излучения. На синхротроне существует ряд установок для получения рентгеновских изображений объектов. Одна из таких установок расположена на рентгеновском канале 1.6. – станция рентгеновской топографии и микротомографии (РТ-МТ). В докладе приводятся описание устройства станции, ее параметры и полученные экспериментальные результаты.

Конструкция и возможности станции РТ-МТ. В отличие от установок на лабораторных источниках [1], станция РТ-МТ использует излучение из поворотного магнита синхротрона. Измерительная часть станции состоит из монохроматора, пяти-координатного гониометра для юстировки и вращения образца и набора позиционно-чувствительных детекторов (см. Рис. 3.1.1). Устройство монохроматора позволяет получать рентгеновские изображения объектов с использованием непрерывного спектра синхротронного излучения, монохроматизированного излучения (с использованием двух кристаллов в геометрии с вертикальной дисперсией) и квазимонохроматического излучения (с использованием одного кристалла в геометрии с горизонтальной дисперсией).

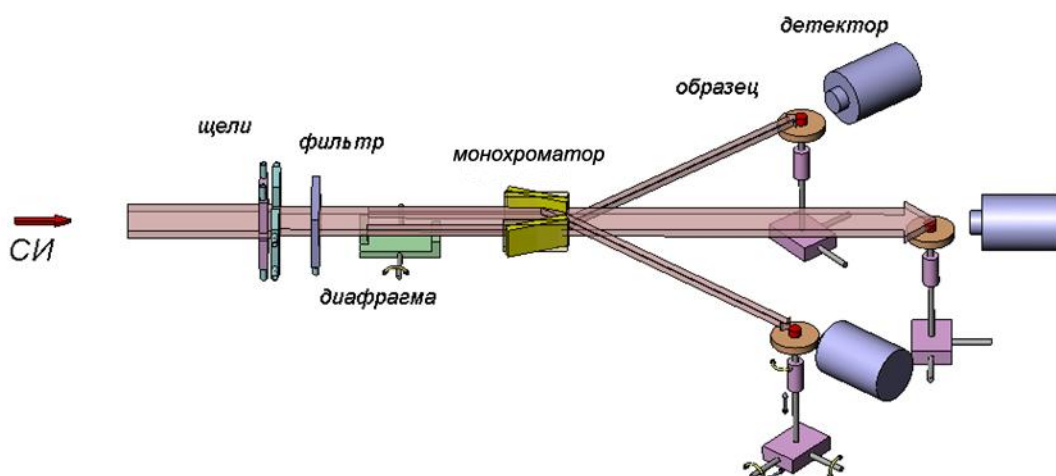


Рис. 3.1.1. Схема экспериментальной станции РТ-МТ при работе в режиме томографии и использовании однокристалльной схемы монохроматизации.

Для монохроматизации непрерывного спектра синхротронного излучения в монокроматоре используются кристаллы Si(111) и Si(311), позволяющие проводить эксперименты в энергетическом диапазоне от ~6 до 40 кэВ. Для регистрации рентгеновского изображения объектов используются два типа детекторов – детектор Roper RO4096 для объектов с сантиметровыми размерами, и детектор фирмы Hamamatsu для объектов с миллиметровыми размерами.

Детектор RO4096 имеет размер матрицы 4096x4096 элементов и поле зрения 62x62 мм, что позволяет достигнуть пространственного разрешения не хуже 40 мкм.

Второй детектор имеет размер регистрирующей матрицы 1024x1024 элементов. Два сменных конвертора обеспечивают работу детектора с полем зрения около 10 мм и пространственным разрешением порядка 10 микрон, и с полем зрения около 2 мм и пространственным разрешением около 2.5 микрон.

Для получения трехмерных рентгеновских изображений объекта делается серия измерений при последовательном повороте объекта вокруг вертикальной оси вращения гониометра. Обычно объект поворачивается на

180 градусов с шагом в 1 градус. Характерное время цикла измерений составляет около 40 минут.

Для томографических реконструкций используются программы, любезно предоставленные А.В.Бузмаковым, Институт кристаллографии РАН [2]. Программы реализуют алгебраические схемы реконструкции, и используют для вычислений технологию CUDA. Характерное время получения трехмерной реконструкции объекта - около одного часа.

Примеры выполненных реконструкций. Приведем примеры некоторых выполненных реконструкций.

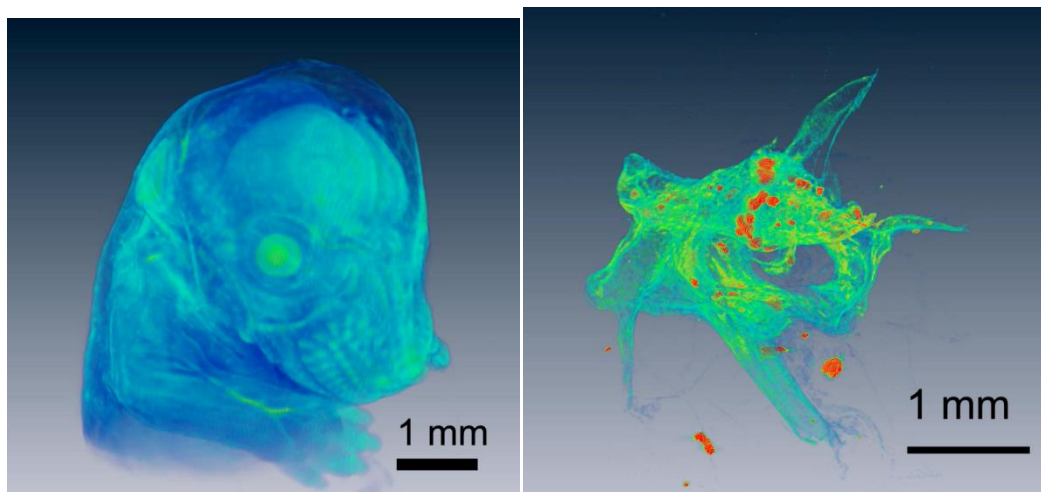


Рис. 3.1.2. Примеры реконструкции биологических объектов. Изображение слева – томограмма новорожденной мыши, контрастированная раствором йода. Изображение справа – реконструкция позвонка геккона, перенесшего условия пониженной гравитации – орбитальный полет.

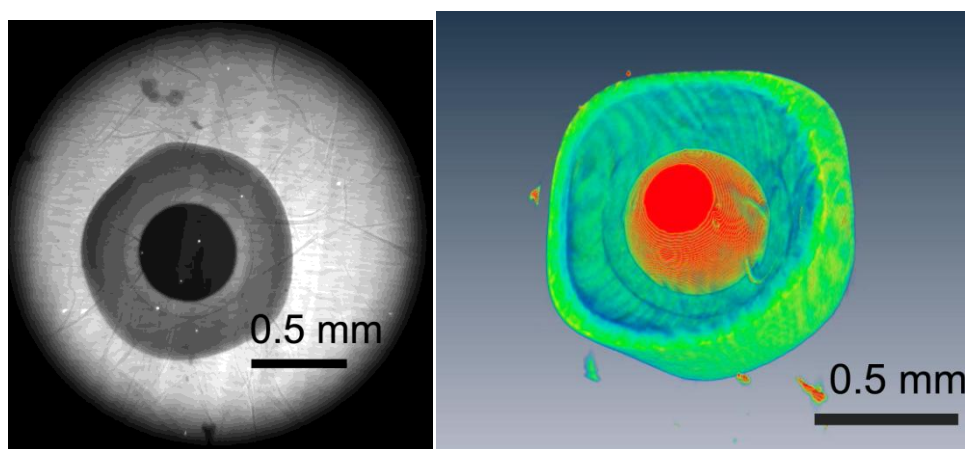


Рис. 3.1.3. МикроТВЭЛ. Изображение слева – отдельная теневая проекция. Изображение справа – томографическая реконструкция (часть объекта на изображении удалена)

Пути повышения качества реконструкций. Параметрами, определяющими качество реконструкций, являются пространственное разрешение и чувствительность прибора к изменению электронной плотности объекта.

Пространственное разрешение на описываемой установке в настоящее время ограничено нестабильностью и размерами электронного пучка в ускорителе. Простая проекционная схема не позволит нам получить разрешение лучше двух микрометров. При улучшении стабильности электронного пучка разрешение можно будет увеличить, используя известные рентгенооптические схемы - асимметрично срезанные кристаллы, а также преломляющую многоэлементную линзу [3, 4]. Введение этих рентгенооптических элементов позволит получить субмикронное разрешение, заплатив за это временем экспозиции и полем зрения.

Для повышения контраста по нашему мнению требуется переход к схемам, использующим фазовый механизм выявления границ и деталей. По нашему мнению, наиболее перспективными и удобными для реализации являются методы габоровской ин-лайн голографии [5] и метод с использованием дифракционных решеток – так называемый интерферометр Тальбо [6, 7]. В последующих шагах модернизации станции предполагается организовать оптические схемы, реализующие эти методы получения проекций. При этом потребуются и существенная переработка программ, если в результате необходимо получать не просто изображения структуры объекта, а конкретные количественные значения плотности, и, возможно, химический состав.

Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования "Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий" в рамках государственного контракта №16.552.11.7003.

Литература:

[1] В.Е.Асадчиков, А.В.Бузмаков, Д.А.Золотов, Р.А.Сенин, А.С.Геранин. // Кристаллография, 2010, т. 55, № 1, с. 167–176

[2] М.В. Чукалина, А.В. Бузмаков, Д.П. Николаев и др. “Рентгеновская микротомография на лабораторном источнике: техника измерений и сравнение алгоритмов реконструкции.” // Измерительная техника, №2, 2008 г., стр. 19-24

[3] А.В.Андреев, В.Е.Асадчиков, А.В.Бузмаков, Р. А. Сенин и др.// Письма в ЖЭТФ, т. 85, вып. 1, 2007 г., с. 106-108

[4] R.A.Senin, A.V.Buzmakov, V.E.Asadchikov et al. // Journal of physics: Conference series, 2009, vol. 186, p. 012035

[5] М.Борн, Э.Вольф Основы оптики. М.Наука. 1973.

[6] T. Weitkamp, B. Nohammer, A. Diaz, C. David, F. Pfeiffer, M.Stampanoni, P. Cloetens, and E. Ziegler: Appl. Phys. Lett. 86 (2005) p.054101.

[7] A.Momose // OPTICS EXPRESS. 2003 / Vol. 11, No. 19, p. 2304

Сенин Роман Алексеевич, НИЦ Курчатовский институт, и.о. нач. отдела синхротронных исследований, к.ф.-м.н. Тел.: 74991967460, e-mail: senin.ra@gmail.com

3.2. Применение приставки для механических нагрузений в томографических исследованиях

Соколов Дмитрий Иванович, Мельничук Дмитрий Анатольевич, Шумейко Александр Эдуардович

Российский государственный университет нефти и газа им. И.М.Губкина

Томограф SkyScan1172 позволяет использовать специальную приставку для проведения исследований под нагрузкой растяжения/сжатия исследуемого образца. Интегрированное программное обеспечение позволяет использовать стандартные процедуры построения структуры и отслеживать перемещения неоднородностей при различных деформациях объекта.

Образец загружается в рабочее пространство приставки, и она устанавливается в рабочем поле томографа. Настройка аппарата – стандартная, но добавлены функции установки параметров нагружения: направление (растяжение/сжатие), перемещение рабочего стола и установка контрольных точек.

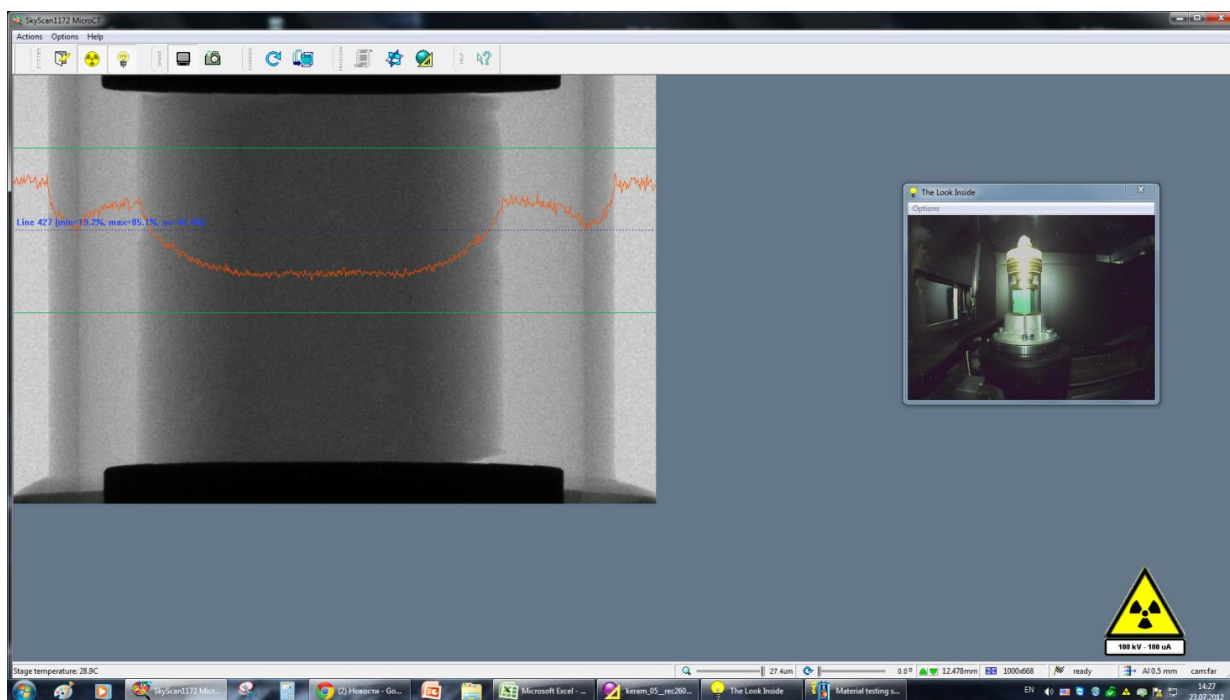


Рис. 3.2.1. Установка и настройка процесса испытания.

Процесс получения теневых изображений не отличается от стандартного, только повторяется многократно, по количеству заданных точек нагружения. Соответственно, приходится учитывать многократно возрастающее время съемки. В результате получается суммарный набор изображений, которые и превращаются в наборы срезов в различных точках перемещения рабочего стола, что соответствует различным нагружениям и деформациям образца.

Полученные объемные модели могут быть сведены в одном поле изображения для сравнительного наблюдения перемещений внутренних неоднородностей объекта. Расчет полей перемещений, деформаций и

напряжений позволяет изучать изменения структуры объектов в различных материалах под нагрузкой.

В частности, для задач нефтегазовой геологии становится возможным изучение влияний внешних давлений на структуру фильтрационно-емкостных систем пород-коллекторов и флюидоупоров (емкость, проницаемость и др.).

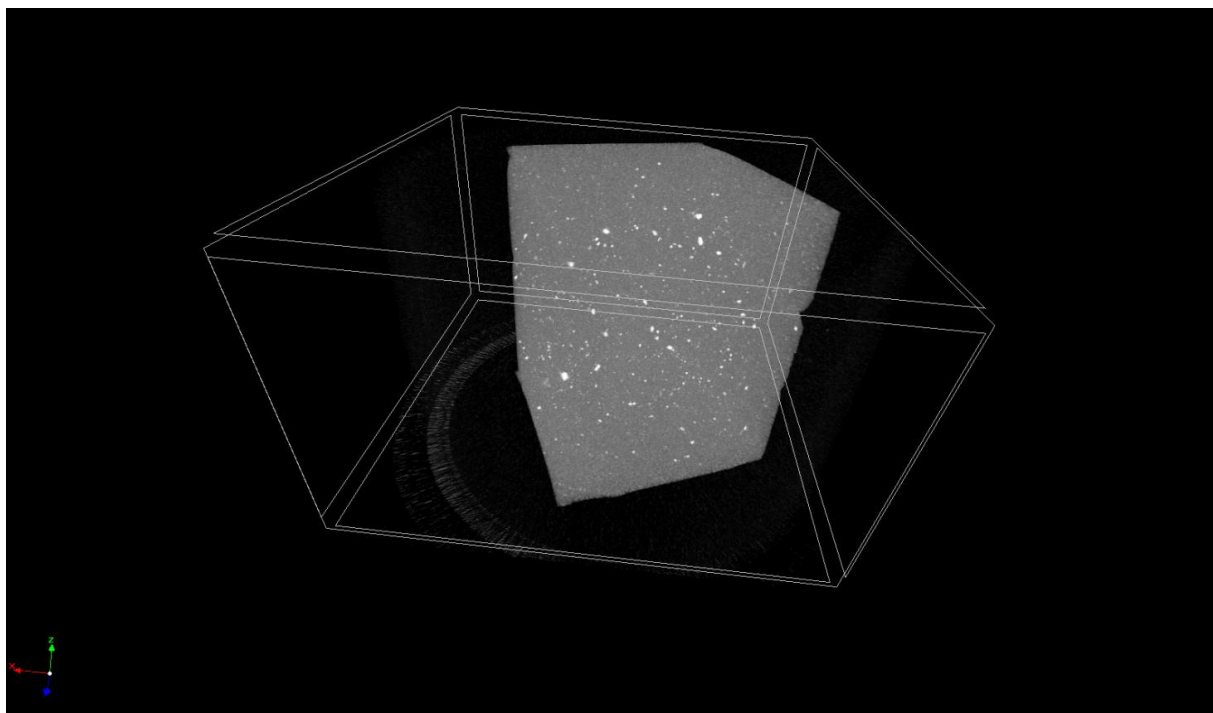


Рис. 3.2.2. Томографическая модель в одной точке деформации.

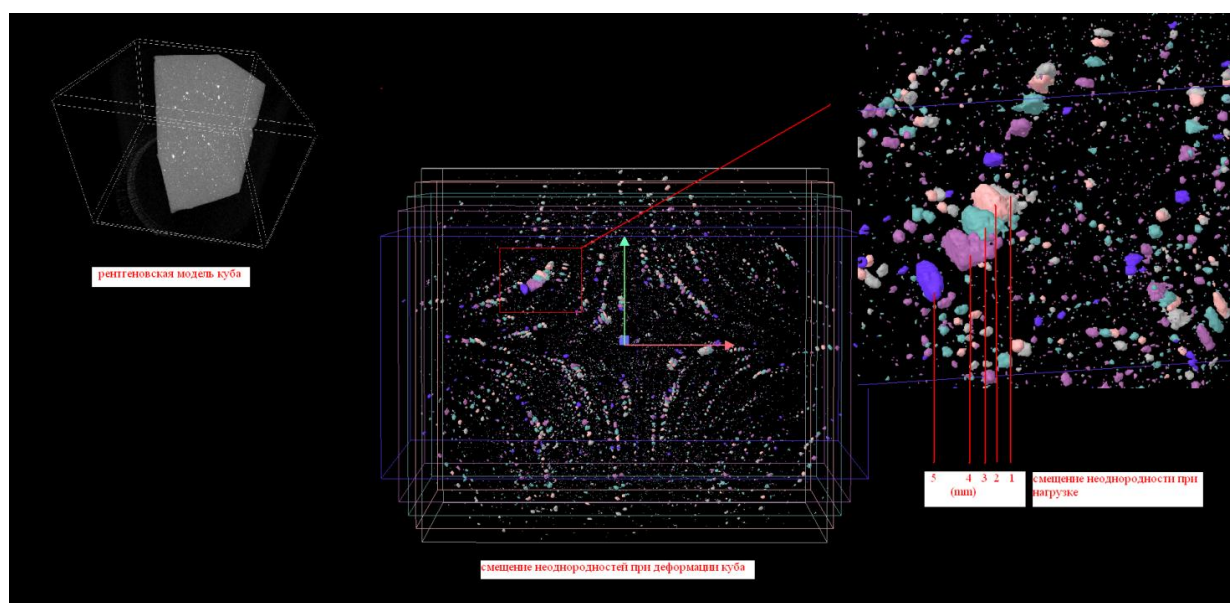


Рис. 3.2.3. Перемещения неоднородностей в объеме образца под нагрузкой осевого сжатия

Мельничук Дмитрий Анатольевич, РГУ нефти и газа им. И.М.Губкина, аспирант. Тел.: 79105436911 e-mail: avasmd@yandex.ru

3.3. Нейтронная томография минеральных и палеонтологических объектов

Коваленко Екатерина Сергеевна¹, Калоян Александр Альбертович¹, Пахневич Алексей Валентинович², Подурец Константин Михайлович¹, Соменков Виктор Александрович¹

¹ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва

² Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН

Рентгеновская томография как метод получения трехмерных изображений объекта находит широкое применение в различных областях науки и техники. В рентгеновской томографии зачастую возникает проблема недостаточности контраста веществ, составляющих тот или иной объект. Для объектов, состоящих из различных минеральных компонентов, таких, как например, ископаемые объекты вымершей флоры и фауны, наблюдение внутреннего строения оказывается затруднительным из-за низкой контрастности компонентов [1, 2]. Одним из путей решения данной проблемы является применение иных видов проникающего излучения, например, тепловых нейтронов. Взаимодействие нейтронов с веществом [3] отличается от такового для рентгеновских лучей (Рис. 3.3.1), например, водородсодержащие вещества обладают сильным поглощением, и поэтому можно ожидать существенного изменения результатов томографического исследования одних и тех же объектов на нейтронах по сравнению с рентгеновскими лучами. Кроме того, в большинстве случаев нейтроны имеют большую проникающую способность и позволяют исследовать образцы большего размера по сравнению с рентгеновскими лучами. В данной работе приводятся результаты экспериментов по нейтронной томографии

минералов и палеонтологических объектов, выполненные на исследовательском реакторе ИР-8 в Курчатовском институте.

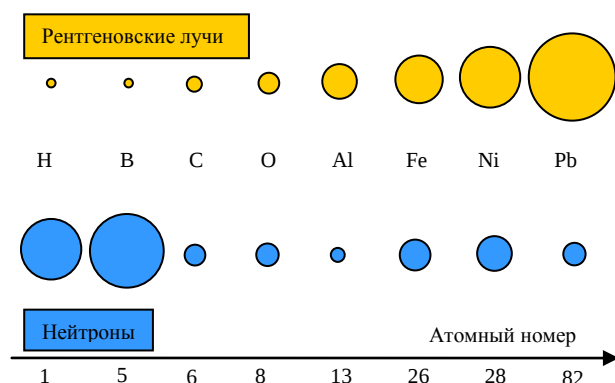


Рис. 3.3.1. Зависимость коэффициента поглощения тепловых нейтронов и рентгеновского излучения от атомного номера элемента.

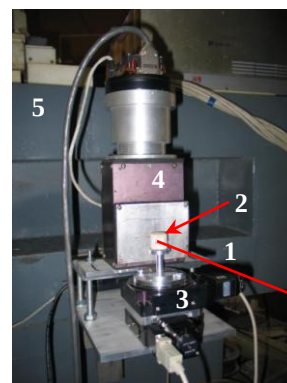


Рис. 3.3.2. Установка для интроскопии и томографии на тепловых нейтронах: 1 — ось пучка нейтронов; 2 — положение образца; 3 — система позиционирования образца; 4 — детектор; 5 — ловушка прямого пучка нейтронов.

1. Методика экспериментов. Эксперименты проводились на установке для нейтронной томографии на монохроматическом пучке тепловых нейтронов, сформированном кристаллом-монохроматором Cu (111). Монохроматизация пучка нейтронов дает возможность, как повысить контрастность проекций за счет дифракционных эффектов, так и очистить пучок от фоновых составляющих, таких как гамма-излучение и быстрые нейтроны. Установка включает в себя устройство для позиционирования и вращения образца и двумерный детектор, состоящий из сцинтилляционного экрана на базе сильно поглощающего нейтроны изотопа лития ^6Li , зеркала и камеры с Пельтье-охлаждаемой матрицей размерностью 4004×2671 элемент (Рис. 3.3.2). Размер поля зрения детектора составляет 5×5 см, пространственное разрешение составляет 400 мкм. Характерное время экспозиции одной проекции составляет 120 секунд, томографическая съемка длится 12 часов. Как правило, съемка заключается в регистрации 360 проекций с шагом 0.5° , пустого пучка и темнового тока детектора. Первичная обработка проекций (очистка от шумов, учет фона и неоднородностей пучка, нормировка), а также восстановление срезов по проекциям выполняется

методом свертки и обратного проецирования с помощью макросов программы ImageJ [4].

2. Шкала контрастности минералов. В работе [1] была построена шкала контрастности минералов и горных пород применительно к рентгеновской томографии (расширенный вариант шкалы приведен в работе [2]). Объекты были разбиты на несколько групп, внутри которых минералы обладают слабой контрастностью. Обращает на себя внимание то, что некоторые из минералов, входящих в одну и ту же группу, являются кристаллогидратами, а другие таковыми не являются. Соответственно, можно ожидать существенного контраста между данными минералами в нейтронной томографии. Кроме водорода, имеются и другие элементы, поглощающие нейтроны заметно сильнее других, например, хлор, серебро, никель. Примеры сравнительных томограмм образцов минералов, основанных на различиях в поглощении нейтронов, приведены на Рис. 3.3.3. В дальнейшем можно ожидать построения полной шкалы нейтронной контрастности минералов.

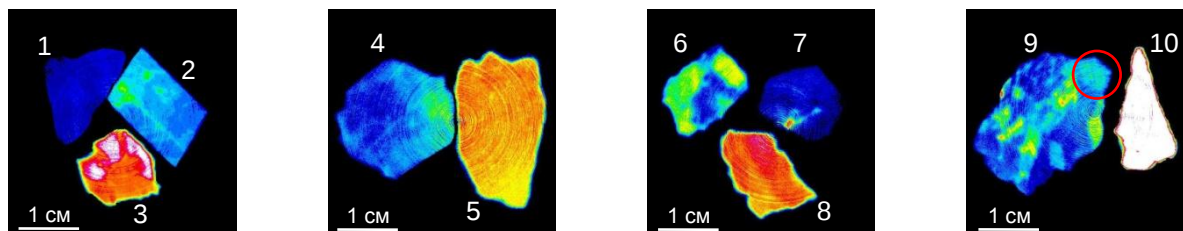


Рис. 3.3.3. Сравнительная томография групп минералов, горных и осадочных пород, неразличимых в стандартной рентгеновской томографии: 1) сера S, 2) кальцит CaCO_3 , 3) галит NaCl , 4) кварц SiO_2 , 5) глина, 6) сфалерит ZnS (зерна сфалерита отмечены на томограмме желтым цветом), 7) пирит FeS_2 , 8) гематит Fe_2O_3 , 9) корунд Al_2O_3 (отмечен кружком) в гнейсе, 10) гипс $\text{CaSO}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$.

3. Томография палеонтологических объектов. Были проведены эксперименты по нейтронной томографии некоторых образцов вымершей фауны. На Рис. 3.3.4 приведены одна из проекций и восстановленный срез крупной брахиоподы *Kaninospirifer kaninensis* (Licharev, 1943) (отложения верхней перми, уржумского яруса, п-ова Канин). В результате томографического исследования в данном объекте, как на теневых

проекциях, так и на виртуальных срезах, были выявлены детали строения раковины и ручного аппарата животного.

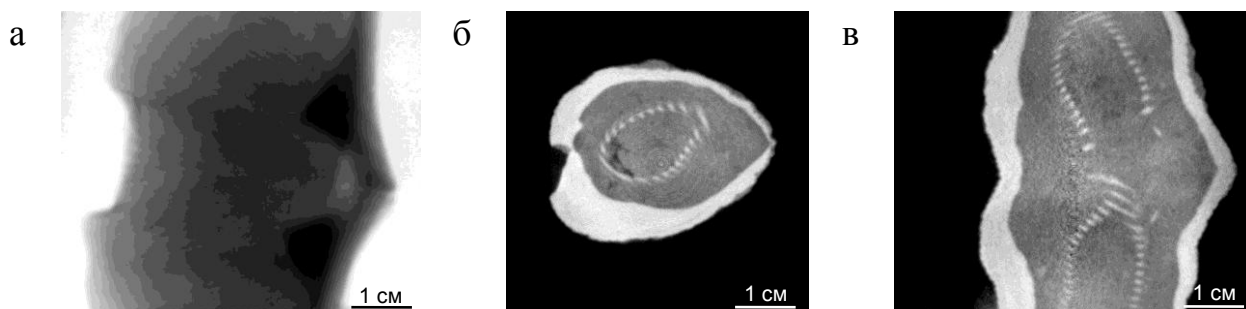


Рис. 3.3.4. Результат томографического эксперимента ископаемой брахиоподы *Kaninospirifer kaninensis* (экз. ПИН 4900/78): а) теневая проекция после предварительной обработки (очистки от шумов, нормировки); б), в) восстановленные взаимно перпендикулярные сечения объекта.

Таким образом, на исследовательском реакторе ИР-8 в Курчатовском институте создана установка и развиваются методы нейтронной томографии для исследования образцов геологического и палеонтологического происхождения. Методы могут быть полезны в решении различных задач, связанных со строением горных пород, например, исследовании нефтеносных пород, кернов сверхглубоких скважин и пр.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 12-02-12069-офи_м, 10-04-01475-а.

Литература

1. Пахневич, А. В. О результативности микротомографических исследований палеонтологических объектов // Современная палеонтология: классические и новейшие методы – 2009. – М.: ПИН РАН, 2009. – С. 127-141.
2. Пахневич, А. В. Шкала контрастности минералов и горных пород для рентгеновской микротомографии // Материалы Международного минералогического семинара «Минералогические перспективы – 2011». – Сыктывкар, 2011. – С. 124-125.
3. Тюфяков, Н. Д. Основы нейтронной радиографии / Н. Д. Тюфяков, А. С. Штань – М.: Атомиздат, 1975. – 256 с.

4. Rasband, W. S. ImageJ [Электронный ресурс] // U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, 1997-2011: сайт. – URL: <http://imagej.nih.gov/ij/>

Коваленко Екатерина Сергеевна, Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", инженер-исследователь. Тел.:8(499)1967351, e-mail: kovalenko_es@mail.ru

3.4. Применение рентгеновской микротомографии для исследования образцов горных пород

Надеев Александр Николаевич, Коробков Дмитрий Александрович, Якимчук Иван Викторович, Чувилин Евгений Михайлович, Коротеев Дмитрий Анатольевич

ООО Технологическая компания Шлюмберже, Московский научно-исследовательский центр

ВВЕДЕНИЕ. В последнее время все больший интерес привлекает исследование горных пород с использованием рентгеновской микротомографии. Этот метод, в основном, применяется для трехмерной визуализации структурных особенностей породы с пространственным разрешением до сотен нанометров. Активное развитие методов анализа и обработки изображений раскрывает дополнительные области применения микротомографии и, в свою очередь, дает возможность проводить уникальные исследования по отношению к стандартным и специальным методам анализа керна.

Исследование с помощью рентгеновской микротомографии структуры порового пространства горных пород, а также различных поровых компонент (нефть/вода/газ/гидраты/лед/глина и т.д.) является фактически новым этапом в изучении строения горных пород, что имеет важное практическое значение. В частности, эти исследования можно использовать в нефтегазовой отрасли

для оптимизации методов увеличения нефтеотдачи пласта, анализа особенностей повреждения коллектора во время бурения скважины, определения петрофизических свойств породы без проведения лабораторных исследований (пористость, распределение пор по размерам, проницаемость) и т.д.

Главной целью данной работы было развитие экспериментальных подходов микроструктурного анализа керна на основе метода рентгеновской микротомографии, оптимизация методов анализа и обработки изображений для построения адекватных цифровых моделей горных пород.

МЕТОДИКА. Для исследования образцов горных пород методом рентгеновской микротомографии использовался прибор SkyScan-1172 (Bruker micro-CT, Бельгия). Стандартные параметры сканирования: шаг по углу вращения – 0.2° - 0.3° , относительная величина накопления сигнала – 6-12, угол поворота образца – 360° . Напряжение рентгеновской трубки было 100кВт, сила тока 100А. Использовался встроенный рентгеновский фильтр "Алюминий+Медь". При сканировании образцов, содержащих в поровом пространстве лед, применялась низкотемпературная приставка на основе эффекта Пельтье. Во избежание плавления порового льда в течение всего эксперимента температура образца поддерживалась около -10°C .

Трехмерная реконструкция изображений проводилась с применением программ NRecon (Bruker micro-CT, Бельгия) и InstaRecon (InstaRecon, США). Также тестировалась версия программы NRecon, использующая видеокарты Tesla (Nvidia, США) для ускорения процесса реконструкции. Анализ и обработка изображений проводился программами CTAn (Bruker micro-CT, Бельгия) и Avizo Fire 7.0.1 (FEI, США).

В основе метода рентгеновской микротомографии лежит реконструкция пространственного распределения линейного коэффициента ослабления (ЛКО) рентгеновского излучения в тонких слоях исследуемого образца с помощью компьютерной обработки проекции рентгеновских лучей в различных направлениях вдоль исследуемого слоя.

Величина ЛКО в каждом материале зависит от химического состава, плотности вещества и от энергии излучения:

$$\mu = \mu_m \rho, \quad (1)$$

μ_m – массовый коэффициент затухания рентгеновского излучения ($\text{см}^2/\text{г}$), ρ – плотность ($\text{г}/\text{см}^3$).

Поскольку объекты исследования (компоненты, заполняющие поровое пространство пород) очень часто не обладают достаточной контрастностью по отношению к гранулам скелета, при рентгеновской микротомографии, которая бы позволяла идентифицировать их с необходимой точностью, для улучшения рентгеноконтрастности были использованы соли тяжелых металлов. Благодаря определенным физико-химическим процессам соли тяжелых металлов могут активно связываться с объектом исследования и способствуют идентификации различных структурных особенностей породы. Например, при изучении распределения льда в поровом пространстве пород был использован неразрушающий метод, основанный на эффекте диффузии ионов контрастного агента по поровому льду при температурах ниже 0°C .

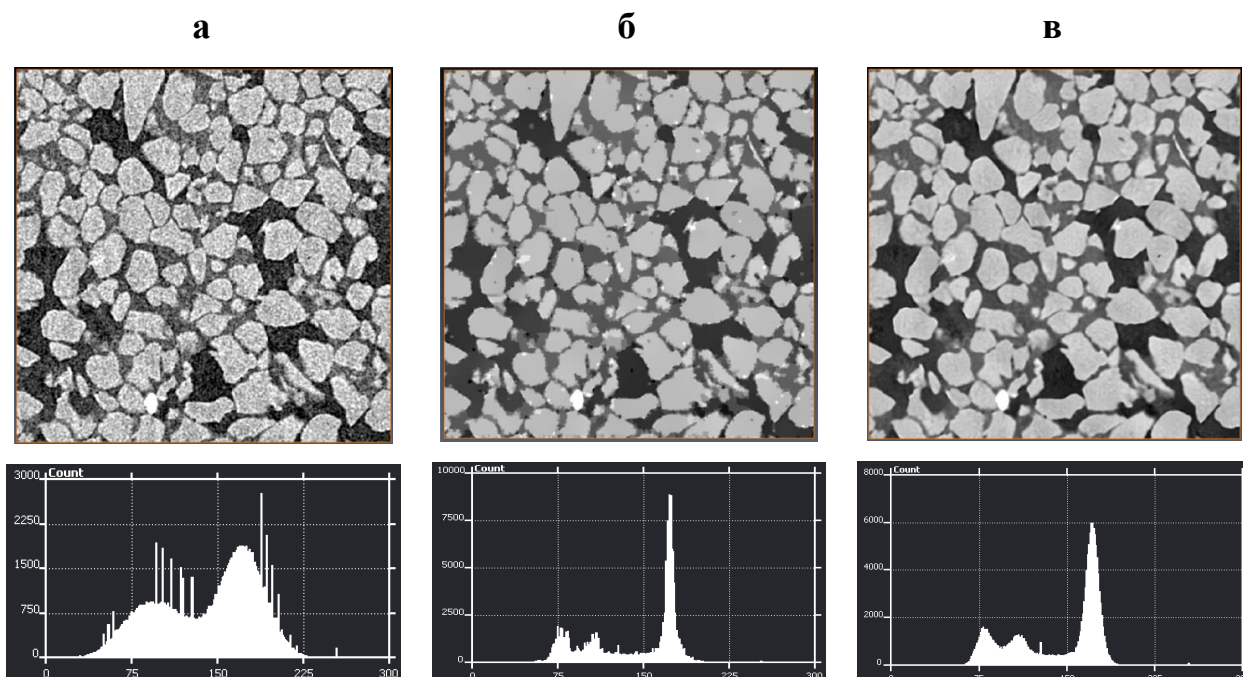
РЕЗУЛЬТАТЫ. Процесс миграции ионов солей в мерзлых породах и диффузионного насыщения горных пород при отрицательной температуре был достаточно подробно изучен на геологическом факультете МГУ. Основываясь на этих разработках для насыщения порового льда рентгеноконтрастным веществом, образец горной породы помещали в контакт с замороженным водным раствором контрастного агента при изотермических условиях [2]. Без использования данного подхода, лед в поровом пространстве, из-за низкой контрастности, породы практически невидим при микротомографии.

Для построения адекватной цифровой модели горной породы с различными включениями в поровом пространстве необходим подбор оптимальных параметров для проведения качественного микротомографического эксперимента и реконструкции трехмерных

изображений. Основной характеристикой такого изображения является гистограмма градаций серого цвета.

Основной этап построения модели – сегментация изображений (в простейшем случае, бинаризация – выбор порогового значения в единицах градаций серого, отделяющего поровое пространство от минерального скелета породы). Методы сегментации изображений реализованы в программном обеспечении CTAn и Avizo Fire.

Фильтрация изображений позволяет облегчить выбор пороговых значений при сегментации. Наиболее подходящими фильтрами программы Avizo Fire сохраняющими границы порового пространства, но при этом снижающими зашумленность изображений являются: “Non Local Means (NLM)” и “Edge Preserving Smoothing (EP)”. В случае высокого качества реконструкции, когда границы гранул и различных веществ четкие, и требуется устранение фонового шума, EP является более предпочтительным. С другой стороны достаточно часто края объектов на реконструированном изображении по различным причинам зашумлены и размыты. В этом случае NLM сглаживание дает более приемлемый результат в виде гладкой и ровной границы (Рис. 3.4.1).



После сегментации, полученная трехмерная модель может быть проанализирована с использованием программ CTAn и Avizo Fire. Можно рассчитать изменение пористости по длине образца, а, для пород, содержащих лёд, оценить распределение порового льда в образце и т.д.

Для оценок проницаемости по газу цифровых моделей керна можно использовать программный модуль XLab Hydro. Например, для пород, содержащих лёд, удалось показать, что проницаемость для одного и того же образца сильно зависит от степени заполнения пор льдом. Так, для одного из тестовых образцов песчаника, проницаемость без учета порового льда составила 667 мД, в то время как проницаемость образца с ледяными включениями составила 83 мД. При этом следует отметить, что проведение лабораторных фильтрационных экспериментов для пород, содержащих лёд, является трудоемкой и, подчас, невыполнимой задачей.

ВЫВОДЫ. Создание трехмерных цифровых моделей горных пород на основе рентгеновской микротомографии и построение распределений компонент в поровом пространстве пород с использованием рентгеноконтрастных веществ позволяет существенно расширить представления о внутреннем строении объектов исследования и их свойствах. Оптимизация метода рентгеновской микротомографии для исследования горных пород, отработка подходов по анализу/обработке изображений и валидация методов расчета свойств породы открывают новые возможности в области анализа керна.

Литература

1. A. Nadeev, D. Mikhailov, E. Chuvilin, D. Koroteev, V. Shako: "Visualization of phases inside porous medium with X-ray microCT", The annual Micro-CT User Meeting (Brussels, Belgium), 2012.

Надеев Александр Николаевич, ООО "Технологическая компания Шлюмберже", научный сотрудник, к.ф.-м.н. Тел.: +7 495 935 82 00, e-mail: anadeev@slb.com

3.5. Применение рентгеновской томографии в условиях современного промышленного производства

Зверев Михаил Сергеевич

ЗАО «Предприятие Остек»

Необходимость применения КТ при производстве изделий ответственного применения. Метрология и «обратное проектирование» с помощью КТ. Ускорение разработки новых конструкционных материалов с помощью КТ

Зверев Михаил Сергеевич, ЗАО Предприятие Остек НППА, главный специалист отдела главного технолога. E-mail: Zverev.M@ostec-group.ru

3.6. Использование рентгеновского компьютерного томографа для получения комплексной информации о микро- и наноструктуре глинистых пород

Соколов Вячеслав Николаевич, Юрковец Дмитрий Иванович, Чернов Михаил Сергеевич, Разгулина Ольга Владимировна, Булыгина Людмила Геннадиевна

Геологический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова

В течение многих лет авторы занимались разработкой алгоритмов для определения количественных морфометрических параметров микроструктуры глинистых грунтов по РЭМ изображениям. Разработанные алгоритмы были положены в основу пакета прикладных программ «СТИМАН», который позволяет получать многие микроморфологические характеристики горных пород, такие как размер и форму структурных

элементов, их ориентацию в пространстве, оценить пористость, проницаемость, рассчитать коэффициент извилистости поровых каналов и др. (Соколов, Юрковец, Разгулина, 2008). Для того чтобы учесть возможную анизотропию морфометрических параметров в объеме образца, авторами был разработан метод трехмерной реконструкции микроструктуры поверхности по двум стереопарам сопряженных поверхностей раскола образца (Sokolov, Osipov, Tolkachev, 1980). В качестве примера, на рис. 1 представлен результат определения объемной пористости образца песчаника, полученный с помощью 3D реконструкции по двум стереопарам сопряженных поверхностей раскола образца.

Однако методика подготовки образцов и практическое использование метода сопряженных поверхностей весьма трудоемки и не позволяют использовать их при поточном исследовании большого количества образцов. В частности, методика исследования сопряженных поверхностей подразумевает необходимость обнаружения идентичных участков на двух половинках образца, для чего в нем производится сверление микроотверстий, а затем раскол в специальных условиях, чтобы избежать возможную потерю частиц при раскалывании образца.

В то же время, если не принимать в расчет возможную объемную анизотропию микроструктуры образца, то результаты морфологических исследований могут оказаться весьма недостоверными. На рис. 3.6.2 а, б приведены растровые электронномикроскопические (РЭМ) изображения микроструктуры одного и того же образца сделанные в двух ортогональных плоскостях. Визуальные наблюдения и количественный планиметрический анализ микроструктуры, выполненный с помощью ПО «СТИМАН», показывают значительную разницу в размерах и характере распределения пор на этих сечениях.

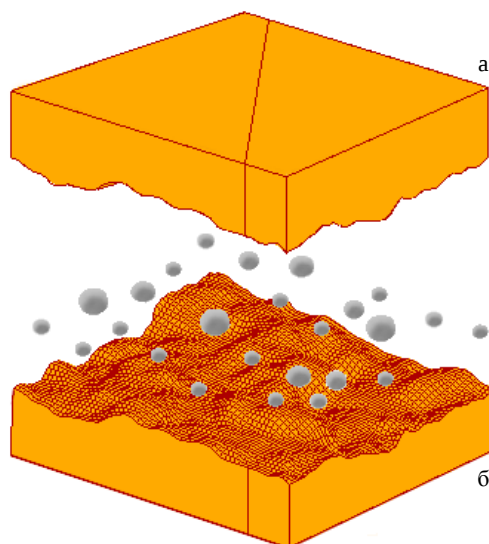
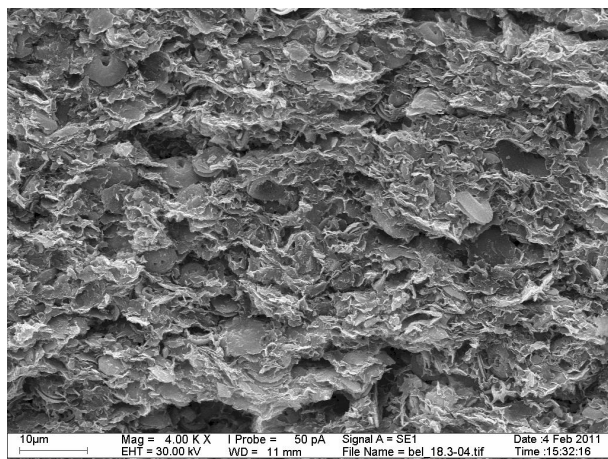
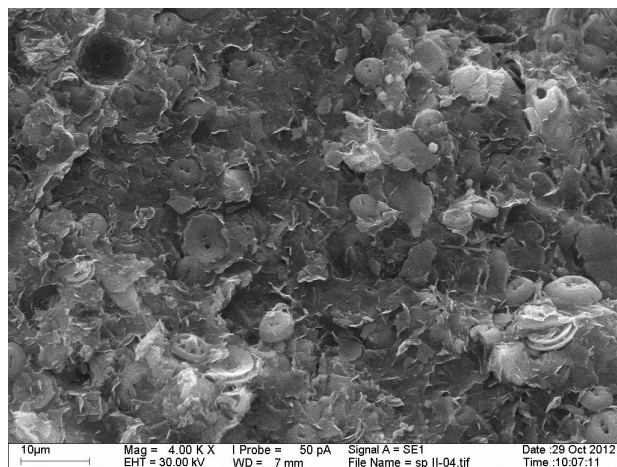


Рис. 3.6.1. Результат определения объемной пористости образца песчаника, полученный с помощью метода сопряженных поверхностей: а, б – 3D модели сопряженных поверхностей раскола образца; сферы серого цвета – объемные поры в сечении раскола образца.

Для получения корректных результатов, не прибегая к сложной методике трехмерной реконструкции поверхностного рельефа, авторы предлагают воспользоваться результатами исследования внутренней структуры породы с помощью рентгеновского компьютерного томографа.



А



Б

Рис. 3.6.2. Микростроения образца тяжелой глины J_{3ox}, г. Москва: а - сечение перпендикулярное напластованию; б – сечение, параллельное напластованию.

По результатам томографической съемки строится 3D модель мезоструктуры образца юрской глины (рис. 3.6.3) с учетом ограничений по

разрешению, накладываемых методом рентгеновской томографии. После этого определяется градиент преимущественной ориентации структуры, который учитывается при проведении количественного микро- и наноанализа той же структуры по планиметрическим РЭМ-изображениям. При этом планиметрические изображения трактуются как срезы объемной мезоструктуры с параметрами объемной ориентации, вычисленной с помощью рентгеновского томографического исследования. На рис. 3.6.4-3.6.6 показаны изображения 3-х взаимно ортогональных сечений образца юрской глины в плоскостях, параллельных XOZ , YOZ и XOY соответственно, полученные с помощью рентгеновского томографа, а также соответствующие этим сечениям розы ориентации и аппроксимирующие их эллипсы. Необходимо отметить, что при томографических исследованиях направление напластования образца совпадало с вертикальной осью Z . На рис. 7 представлено схематическое изображение геометрии регистрации РЭМ-изображения модельной структуры юрской глины в виде эллипсоида.

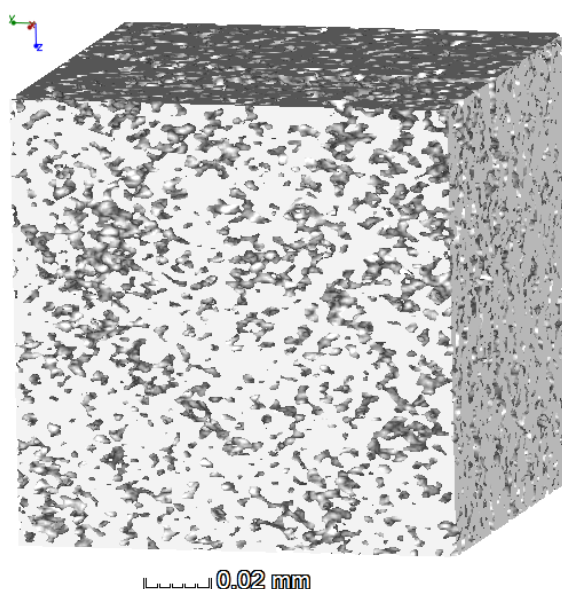


Рис. 3.6.3. Объемная модель мезоструктуры порового пространства образца юрской глины, полученная с помощью рентгеновского томографа при ускоряющем напряжении 60 кВ и токе 60 мкА с разрешением 0.57 мкм.

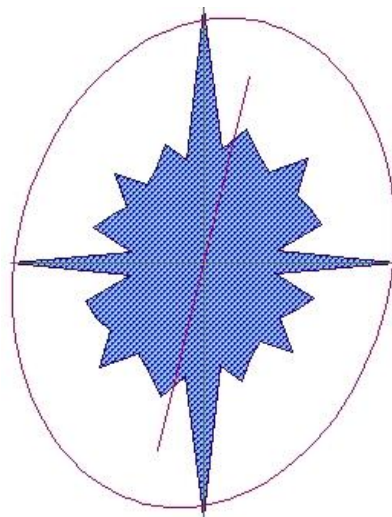
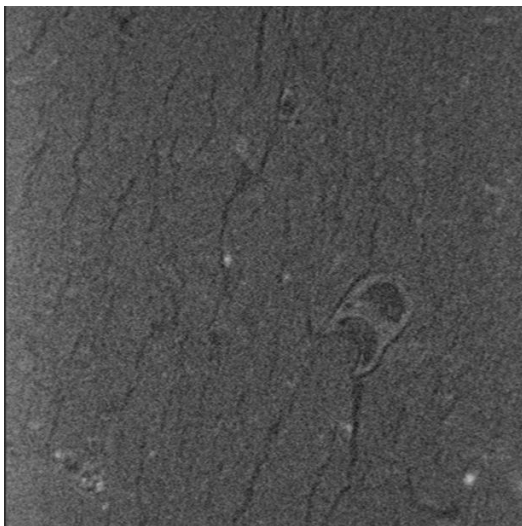


Рис. 3.6.4. Изображение в плоскости XOZ, роза ориентации и аппроксимирующий ее эллипс. Ориентация горизонтальной оси 76.19° , отношение малой к большой полуоси эллипса равно 0.76.

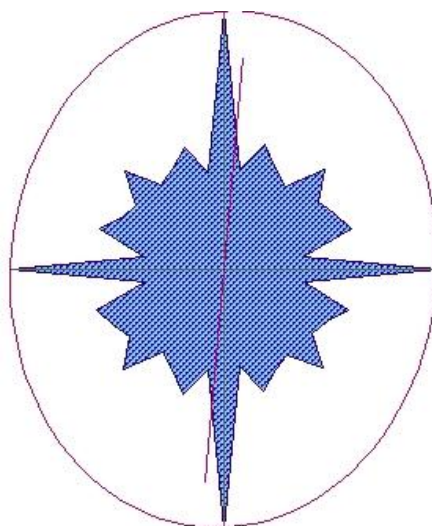
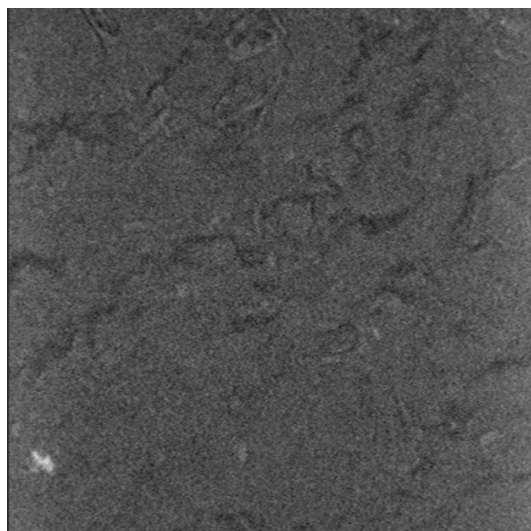


Рис. 3.6.5. Изображение в плоскости YOZ, роза ориентации и аппроксимирующий ее эллипс. Ориентация горизонтальной оси 84.80° , отношение малой к большой полуоси эллипса равно 0.82.

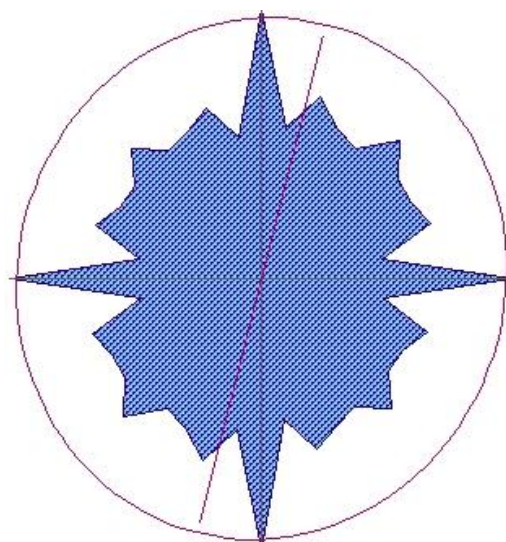
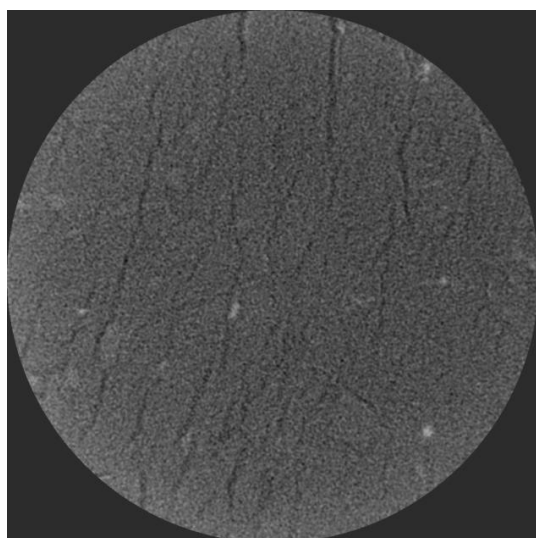


Рис. 3.6.6. Изображение в плоскости XOY, роза ориентации и аппроксимирующий ее эллипс. Ориентация горизонтальной оси 75.75° , отношение малой к большой полуоси эллипса равно 0.93.

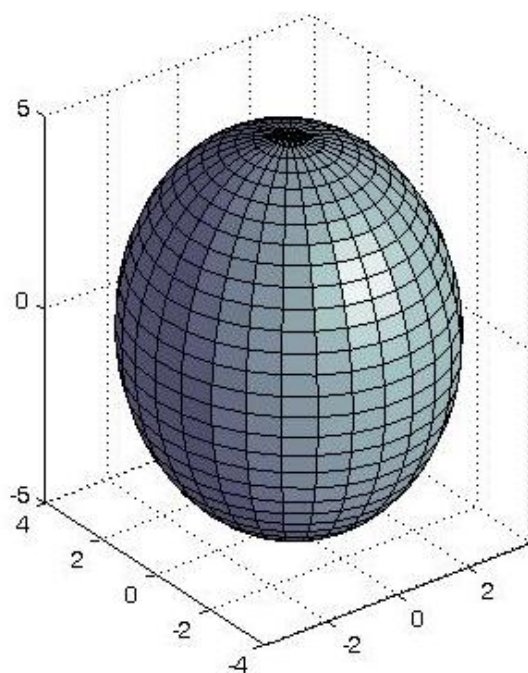


Рис. 3.6.7. Эллипсоид ориентации объемной мезоструктуры образца юрской глины

В таблице представлены результаты количественного анализа структуры порового пространства образца исходной юрской глины по РЭМ-изображениям до и после 3D-коррекции, учитывающей градиент ориентации структурных элементов по объемной модели, полученной с помощью компьютерной томографии.

Таблица 3.6.1

Количественный анализ структуры порового пространства образца юрской глины

	Вклад пор определенной категории в общую пористость, N %				$D_{\max}$, мкм	Общая пористость, n %
	D_1 <0.1 мкм	D_2 0.1-1.0 мкм	D_3 1.0-10 мкм	D_4 10-100 мкм		
До коррекции	1.3	21.9	64.2	12.6	26.11	38
С учетом 3D-коррекции	1.2	21.0	60.9	16.9	28.07	43

где D_1 - D_4 – диаметры эквивалентных сфер для микропор разных категорий; N – вклад пор определенной категории в общую пористость; $D_{\max}$ – максимальный размер пор.

В качестве аппаратной базы авторами использовался рентгеновский компьютерный микротомограф Yamato TDM-1000 (Япония) и РЭМ LEO 1450VP (Германия), полученные в рамках реализации Программы развития МГУ имени М.В.Ломоносова.

Проведенные исследования показали, что комплексное исследование структуры образца подразумевает томографическое изучение мезо- и макроструктуры, а также последующее РЭМ-исследование наноструктуры.

Применение данной методики позволяет значительно повысить достоверность исследований тонкой структуры глинистых пород в диапазоне размеров структурных элементов от единиц сантиметров, до десятков нанометров, при значительном сокращении трудоемкости и времени данных исследований.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 10-05-00503-а.

Литература

1. Соколов В.Н., Юрковец Д.И., Разгулина О.В. Исследование микроструктуры грунтов с помощью компьютерного анализа РЭМ-изображений // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2008, № 4. С. 1-6.

2. Sokolov V.N., Osipov V.I., Tolkachev M.D. The electron microscopic studies of pore space of solids by a method of conjugate surfaces // Journ. of Microscopy. 1980. V. 120. Pt. 3. December. P. 363-366.

Соколов Вячеслав Николаевич, МГУ им. М.В. Ломоносова, геологический факультет, зав. лаб., профессор, д.г.-м.н. Тел.: +7(495)-939-34-69, e-mail:sokolov@geol.msu.ru

3.7. Исследование ильменита титано-циркониевых россыпей методами рентгеновской микротомографии и рентгенодифракционного фазового анализа

Иоспа А.В.¹, Якушина О.А.²

¹ФГУП «ВИМС» им. Н.М.Федоровского

²Международный университет природы общества и человека «Дубна»

Титано-циркониевые россыпи являются важным источником титанового и **циркониевого сырья**. Главные рудные минералы Ti-Zr россыпей – ильменит FeTiO_3 , псевдорутил $\text{Fe}^{3+}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$, рутил TiO_2 , анатаз (реже брукит) TiO_2 , циркон ZrO_2 ; второстепенные – кварц, полевой шпат, глауконит (Центральное), каолинит (Тарское); в подчиненном количестве кианит, силлиманит, ставролит, турмалин, гранаты, эпидот; в незначительных количествах – др. минералы; вредные примеси – хромшпинелиды, монацит. При определении минерального состава методом оптической микроскопии получают некорректные данные для хромшпинелидов, их содержание или завышено, или занижено; для кианита и анатаза – содержание обычно занижено. При этом невозможно определить степень изменения ильменита; определить кварц, содержащийся в тонкодисперсном лейкоксеновом агрегате («лейкоксене»), и состав самого «лейкоксена» [5].

Из титано-циркониевых песков получают следующие товарные концентраты: ильменитовый (58-68% TiO_2), лейкоксеновый (62-90% TiO_2), рутиловый (92-98% TiO_2), цирконовый, Кварцевый. На некоторых месторождениях – полевошпатовый, монацитовый, кианитовый, глауконитовый и др. Принимая во внимание, что в 2010-2011 гг. рынок титанового и циркониевого сырья оказался дефицитным, что вызвало подъем цен на него, и, в свою очередь, активизировало геологоразведочные работы и исследования, поэтому представляло интерес исследовать состав и строение главного минерала – ильменита минералогическими методами.

Изучение минерального состава руд россыпных месторождений традиционными оптическими методами затруднительно из-за крупности слагающих минералов (так, основные рудные минералы россыпных Ti-Zr песков сосредоточены в классе крупности – 0,1+0,044 мм Бешпагирское; – 0,047 мм Тарское) и сложности полиминерального состава (Ti-Zr россыпи – 15-20 минералов). Методы оптической микроскопии не позволяют разделить неизмененный и слабоизмененный ильменит ввиду близости их оптических констант.

Вторичное изменение ильменита называют «лейкоксенизация». Лейкоксен (Л) – минералогический термин, обозначающий полиминеральный агрегат, образующийся при изменении ильменита. На ранних стадиях лейкоксенизации Л состоит преимущественно из псевдорутила $\text{Fe}^{3+}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$. На более глубоких стадиях изменения Л состоит из псевдорутила, его гидратированных разновидностей и рентгеноаморфных оксидов и гидроксидов титана. При полностью прошедшем процессе вторичного преобразования ильменита Л состоит из вторичного рутила и рентгеноаморфных оксидов и гидроксидов титана. В незначительных количествах в лейкоксеновом агрегате содержатся гематит, анатаз, рутил, кварц и др. примеси.



Рис. 3.7.1. Черный шлик Ti-Zr россыпей. Красным отмечены примазки лейкоксена на ильмените. Размер зерен 50-100мкм

Проведено исследование ильменита из концентратов ряда месторождений, отобранного из коллекции образцов промышленных типов руд (литотеки) ФГУП «ВИМС» им. Н.М.Федоровского, с целью изучения их фазового состава и морфологии методами рентгеновской микротомографии (РТ) и порошковой дифрактометрии – рентгенографического фазового анализа (РФА). Анализы выполнялись по нормативно-методическим документам отраслевых Научных советов по аналитическим методам (НСАМ) и методам минералогических исследований (НСОММИ) [1].

Впервые для изучения «лейкоксена» титано-циркониевых россыпей был применен метод рентгеновской микротомографии. Метод РТ позволяет изучать без разрушения и пробоподготовки морфоструктурные характеристики и фазовый состав полиминеральных агрегатов в естественной взаимориентации индивидов.

Экспериментальные исследования выполнены на рентгеновском микротомографе ВТ-50-1 «Геотом» отечественного производства («Проминтро», Россия), изготовленном на базе промышленного томографа специально для исследования минеральных объектов. Прибор соответствует требованиям российских регламентирующих документов по аппаратуре неразрушающего контроля и международному стандарту ASTM E1441-11. Условия съемки: микрофокусный рентгеновский источник РЕИС-150М, рабочее напряжение рентгеновской трубки $U=100$ кВ, ток накала $I=2,9$ А; блок детекторов 8 измерительных каналов со сцинтилляторами CsJ(Na), веерная геометрия при сканировании, шаг сканирования 3 мкм, рабочее поле съемки до 15 мм в диаметре, перемещение по высоте до 7 см; использовался Al-образец сравнения. Время сканирования с параллельной обработкой данных 5-10 минут. Предел пространственного разрешения 5 мкм для линейных неоднородностей. Чувствительность к изменению величины линейного коэффициента ослабления рентгеновских лучей (ЛКО) - 1%. РТ анализ выполнен согласно Методическим рекомендациям НСОММИ №130

«Исследование фазовой и структурно-текстурной микронеоднородности объектов методом рентгеновской микротомографии» [2].

Рентгенографический фазовый анализ позволяет изучить в порошке фазовый состав полиминеральных проб и агрегатов, а также особенности структуры (структурных характеристик) отдельных минералов.

Определение минерального состава в методом рентгенографического фазового анализа выполнено на дифрактометре X'Pert PRO (Philips, Голландия) Условия съемки рентгенограмм: монохроматизированное $\text{Cu K}\alpha$ излучение, $U = 50 \text{ kV}$, $I = 40 \text{ mA}$, скорость записи 2 град/мин , внутренний стандарт – кремний (Si). Ограничения метода связаны с невозможностью диагностики рентгеноаморфных фаз, порогом обнаружения $0,5\text{-}1,0 \text{ мас.}\%$, размер минеральных кристаллитов – не меньше $0,1 \text{ мкм}$. Анализ выполнен по Инструкции НСОММИ №54 «Рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) черных шлихов из рудных (Ti-Zr) песков (на примере Бешпагирского месторождения)» [3],

Результаты исследования. Данные РТ томограммы и значения линейного коэффициента ослабления рентгеновских лучей (ЛКО) однозначно указывали на неоднородность состава рудных минералов в концентратах. «Лейкоксен» из индийского концентрата содержит реликты псевдорутила; при исследовании двух зерен, идентично выглядевших в оптическом микроскопе, РТ установил, что одно зерно является ильменитом, другое – псевдорутилом (Рис. 3.7.2, 3.7.3). Зерна «лейкоксена» российского концентрата являются однородными, в отличие от индийских.

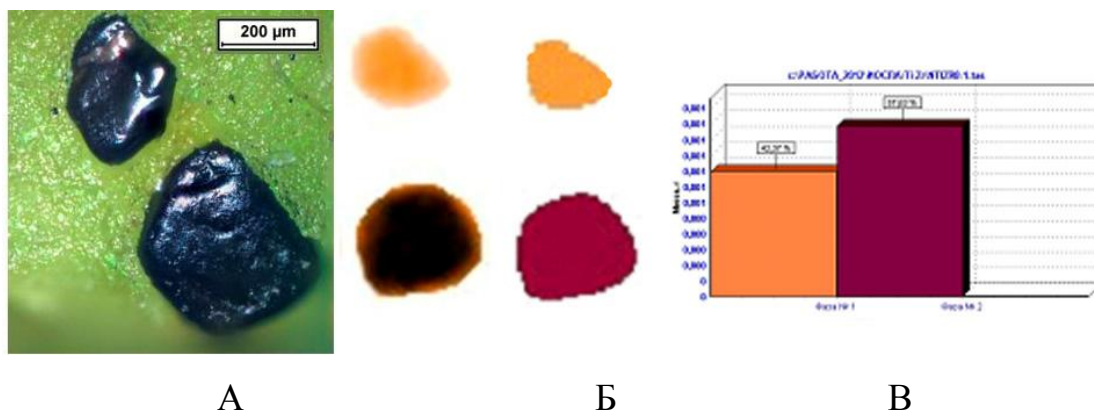


Рис. 3.7.2. Визуально сходные зерна ильменита и псевдорутила (Индия, ильменитовый концентрат): А – фотография, Б – томограмма, ее обработка по «TomAnalysis» и В – гистограмма % соотношения фаз; ильменит – малиновое, псевдорутил – оранжевое

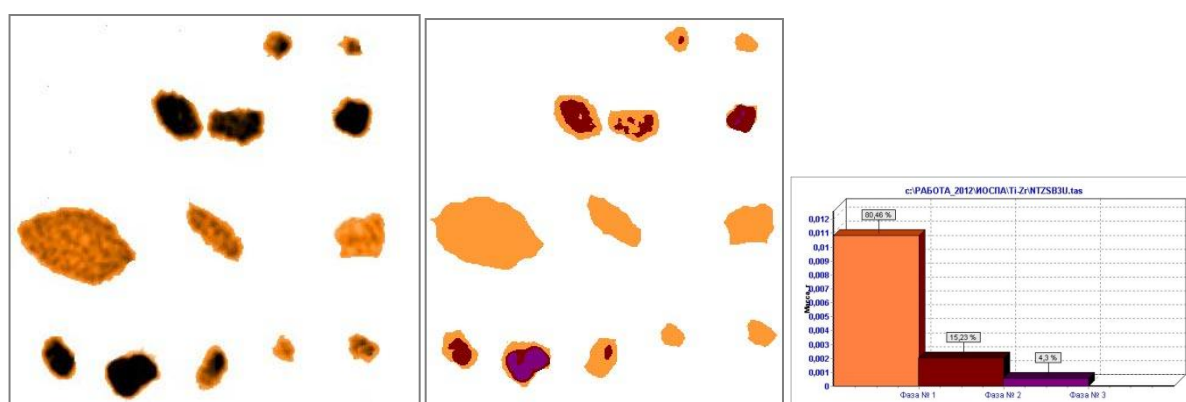


Рис. 3.7.3. Россыпь зерен ильменита и псевдорутила (концентраты соотв. на рис. 4.): А – томограмма, Б – обработка по «TomAnalysis», В – гистограмма % соотношения фаз: ильменит – малиновое и фиолетовое (структурно упорядоченный ильменит), псевдорутил – оранжевое.

Количественным рентгенографическим фазовым анализом, основываясь на известной методике (РКФА) черных шлихов Ti-Zr руд Бешпагирского месторождения [3], установлено: ильменитовые концентраты Ti-Zr россыпей Индии и Украины состоят преимущественно из псевдорутила, в индийском отмечается присутствие ильменита, в украинском он не установлен; лейкоксеновые концентраты – главным минералом российского является рутил (подтверждено микрорентгеноспектральным анализом), а индийский – смесью рутила и псевдорутила. (рис. 3.7.4) Элементный состав ильменитовых концентратов приведен в таблице 1, их номера 1-4 соответствуют таковым на рис. 3.7.4, РФА.

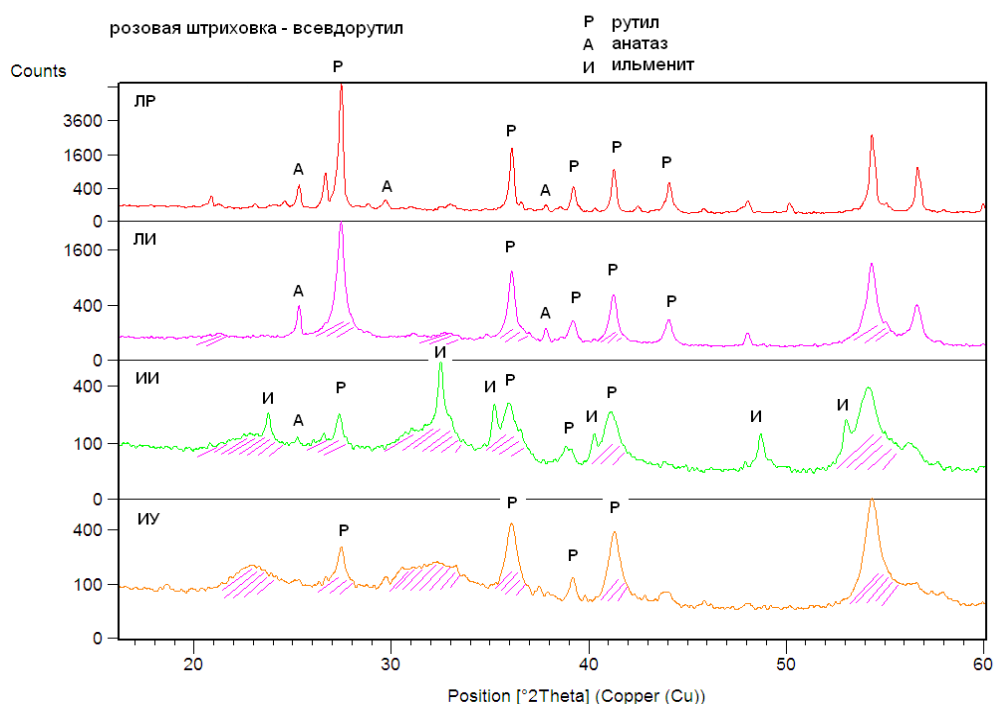


Рис. 3.7.4. Дифрактограммы лейкоксеновых (Л) и ильменитовых (И) концентратов из Индии – ЛИ и ИИ, Украины – ИУ, России – ЛР.

Таблица 3.7.1

Элементный состав зерен ильменитового концентрата, в %

	Mg	Al	Si	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	O	Total
1	0.14	0.19	0.22	0.06	37.60	0.24	0.00	1.17	22.21	35.66	97.50
2	0.15	0.31	0.27	0.09	37.72	0.07	0.12	1.02	21.72	35.64	97.11
3	0.13	0.20	0.16	0.08	37.02	0.38	0.00	1.26	22.89	35.60	97.73
4	0.07	0.22	0.17	0.06	37.76	0.22	0.00	1.32	21.66	35.47	96.94

Проведенные исследования показали, что наиболее экспрессными и экономически выгодными для оценки минерального состава являются рентгенографический и рентгенотоммографический методы исследования

Литература

1. Нормативно-методическая документация по аналитическим, минералогическим и технологическим исследованиям // Справочник. Издание третье, дополненное / М.: Федеральный научно-методический центр лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС», 2008.- 152 с.; дополнения 2012 г. М.: «ВИМС». 2012. - 10 с.

2. МР НСОММИ №130. «Исследование фазовой и структурно-текстурной микронеоднородности объектов методом рентгеновской микротомографии» М.: ВНИИГеосистем. 1999.

3. Инструкция НСОММИ №54 «Рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) черных шлихов из рудных (Ti-Zr) песков». М.: ВИМС. 2005.

4. Иоспа А.В. «Лейкоксен: минерал или агрегат» /Тез. докл. IV Науч.-практ. конф. 22-23 мая 2012, Москва / М.: ВИМС. 2012. С. 57.

Иоспа Анастасия Владимировна, ФГУП «ВИМС им. Н.М.Федоровского», м.н.с. Тел.: 8(495)950-35-79, e-mail: yak_oa@mail.ru.

3.8. Работка отечественного бюджетного микротомографа и примеры его использования

Батранин Андрей Викторович, Капранов Борис Иванович, Клименов Василий Александрович, Чахлов Сергей Владимирович, Крёнинг Ханс Михаэль

Томский политехнический университет

Введение. Микрофокусная рентгеновская томография находит все более широкое применение в различных сферах деятельности человека: медицине, науке и технике. Это связано как со свойствами самого рентгеновского излучения, так и с развитием техники регистрации излучения и методами реконструкции изображений. Задача создания недорогого микротомографа была поставлена и решена в Томском политехническом университете. В данной работе описаны устройство, характеристики и примеры практического применения микротомографа TOLMI–150–10.

Описание микротомографа. В Международной лаборатории неразрушающего контроля (Tomsk Open Laboratory for Material Inspection, TOLMI) Томского политехнического университета разработан

микрофокусный рентгеновский томограф TOLMI-150-10. Основные технические характеристики установки приведены в таблице 1, внешний вид – на рис. 1, схема расположения узлов и габаритные размеры – на рис. 2.

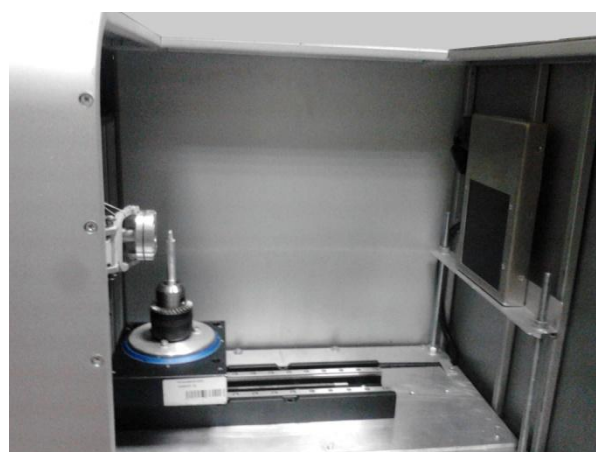
Таблица 3.8.1

Технические характеристики TOLMI-150-10

Название характеристики	Значение
Тип матрицы	КМОП
Разрядность матрицы, бит	12
Размер матрицы, пикселей	1024 x 1000
Размер активной зоны матрицы, мм	98,6 x 96,1
Шаг пикселей матрицы, мкм	96
Время захвата полного изображения, с	4,5
Минимальное время экспозиции одного изображения, с	0,55
Размер фокусного пятна рентгеновской трубки, мкм	10
Диапазон регулирования напряжения трубки, кВ	40 – 150
Ток трубки, мкА	100
Минимальный шаг углового перемещения объекта, град	0,001
Диапазон линейного перемещения объекта, мм	200
Диапазон оптического увеличения проекции объекта	1,5 – 10
Диапазон размеров объекта исследования, мм	5 – 60



а)



б)

Рис. 3.8.1. Томограф TOLMI-150-10 (а) и его рабочая зона (б).

Томограф имеет небольшие габариты и массу и может быть размещен на обычном рабочем столе. При изготовлении томографа были использованы относительно недорогие комплектующие, что в сочетании с простой конструкцией дает себестоимость установки на уровне 5 млн. рублей.

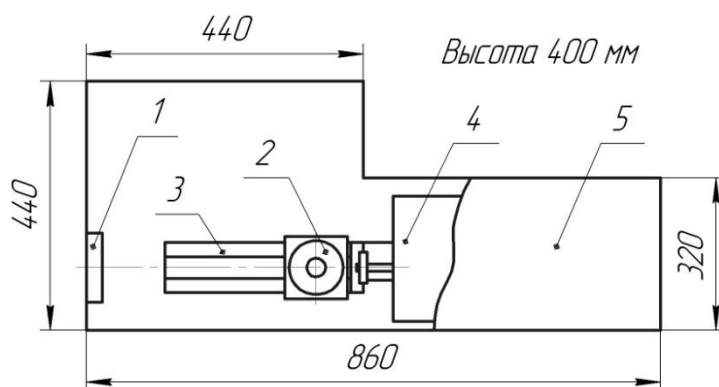


Рис. 3.8.2. Томограф состоит из матрицы 1, поворотной платформы 2, платформы линейного перемещения 3, рентгеновской трубки 4 и корпуса 5.

Томограф реализует традиционную схему сканирования с вращающимся объектом исследования и коническим пучком излучения с регистрацией на матричный детектор. Томограф снабжен линейным приводом (п. 3 на рис. 3.8.2) для позиционирования объекта между детектором и источником излучения. Источник, платформы и детектор расположены на одной оси. В таблице 3.8.2 описаны устройства, входящие в состав томографа [1–3].

Таблица 3.8.2

Отдельные устройства томографа TOLMI–150–10

Название устройства	Производитель
Аппарат рентгеновский микрофокусный РАП-150МН	ТСНК-лаб, г. Москва
Детектор матричный Remote RadEye200	Rad-icon Imaging Corp., США
Поворотная платформа М-061.РD	Physik Instrumente (PI) GmbH & Co., Германия
Контроллер С-863 для поворотной платформы	
Прецизионная линейная платформа М.403-82S	
Контроллер С-663 для линейной платформы	

Размер пикселя детектора и возможность оптического увеличения обеспечивают пространственное разрешение не ниже 10 мкм.

Процесс сканирования. Для управления томографом была разработана программа uCT (microCT). С ее помощью производится управление всеми узлами установки: рентгеновской трубкой, детектором и приводами платформ. Программа обеспечивает сканирование в автоматическом режиме и позволяет производить необходимые настройки:

калибровку по черному и белому, выбор числа исходных проекций, время экспозиции и т.д.

Программа uCT имеет графический интерфейс и выполнена на основе диалогового окна с закладками (рис. 3.8.3). Имеется четыре закладки, соответствующие основным задачам: сканирование (закладка «Сбор данных»), управление рентгеновской трубкой («Рентген»), управление приводами перемещения и вращения («Приводы») и управление матрицей детекторов («Детектор»). В правой части осуществляется вывод уменьшенного изображения с матрицы детекторов и регуляторы яркости и контраста.

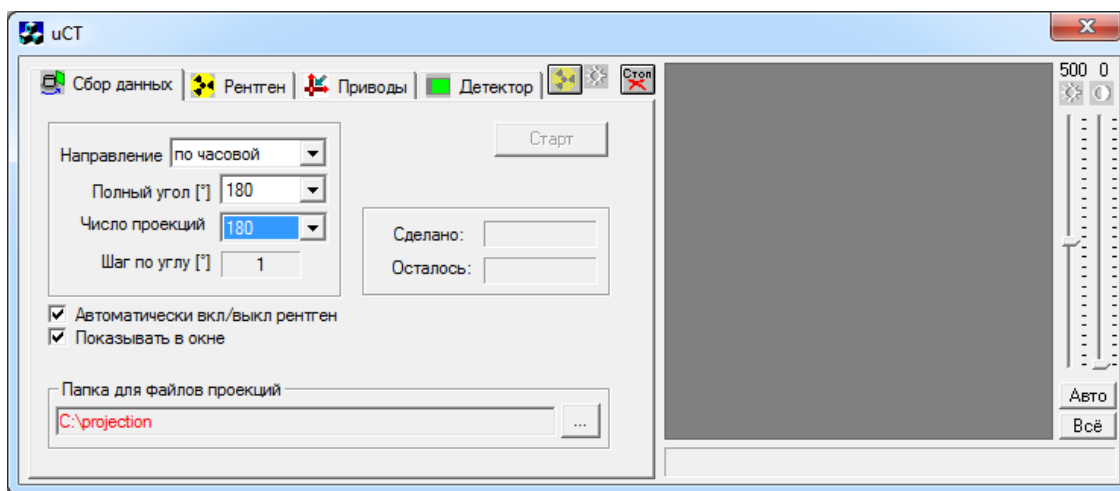
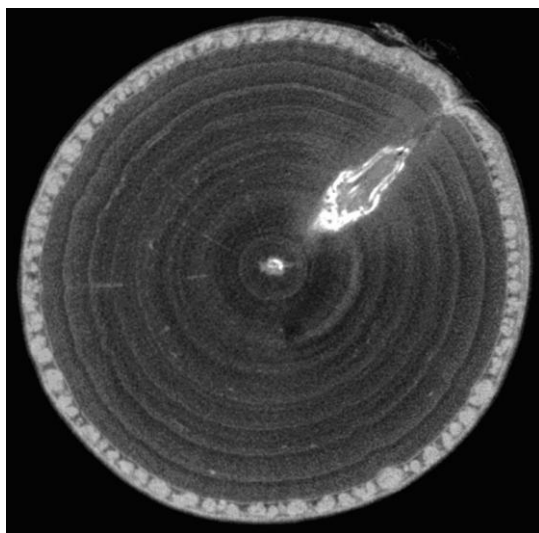


Рис. 3.8.3. Окно программы uCT

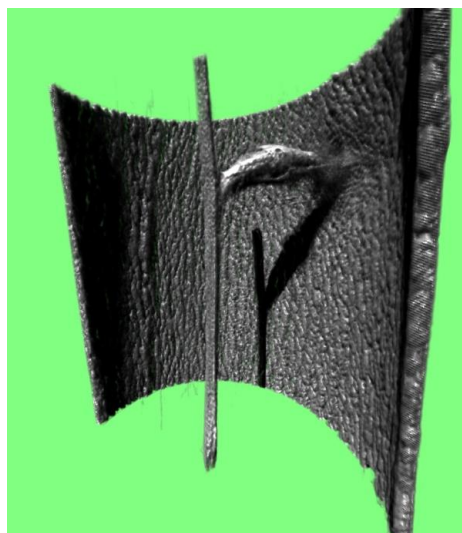
Скорость сканирования при экспозиции порядка 1 с составляет 5 с на проекцию. Файлы проекции представляют собой 16-битные TIFF-файлы с именами A_XXXX.tif, где XXXX – номер файла, начиная с номера 0000 для первой проекции.

Реконструкция изображений и примеры решаемых задач. Реконструкция изображений может быть выполнена в любой программе, поддерживающей работу с 16-битными TIFF-файлами. В лаборатории TOLMI для реконструкции и визуализации используется, главным образом, программное обеспечение фирмы SkyScan [4].

Качество томограмм определяется совершенством алгоритмов реконструкции и чистотой теневых проекций. На рис. 3.8.4а представлена томограмма ствола березы, которая позволяет судить о возможностях разработанного томографа. Рис. 3.8.4б демонстрирует плотные участки этого же образца в трехмерном представлении.



а)



б)

Рис. 3.8.4. Томограмма ствола березы (а), плотные участки березы: сердцевина, сучок, кора (б).

Образец на рис. 3.8.4 считается довольно крупным для микротомографии. Диаметр образца в поперечном сечении около 50 мм. На рис. 3.8.5 представлены достаточно мелкие объекты – кедровые орешки, у которых наибольший размер в высоту составляет порядка 10 мм. На рис. 3.8.5а показан нормально сформировавшийся орех, а на рис. 3.8.5б – пустой, несформированный.

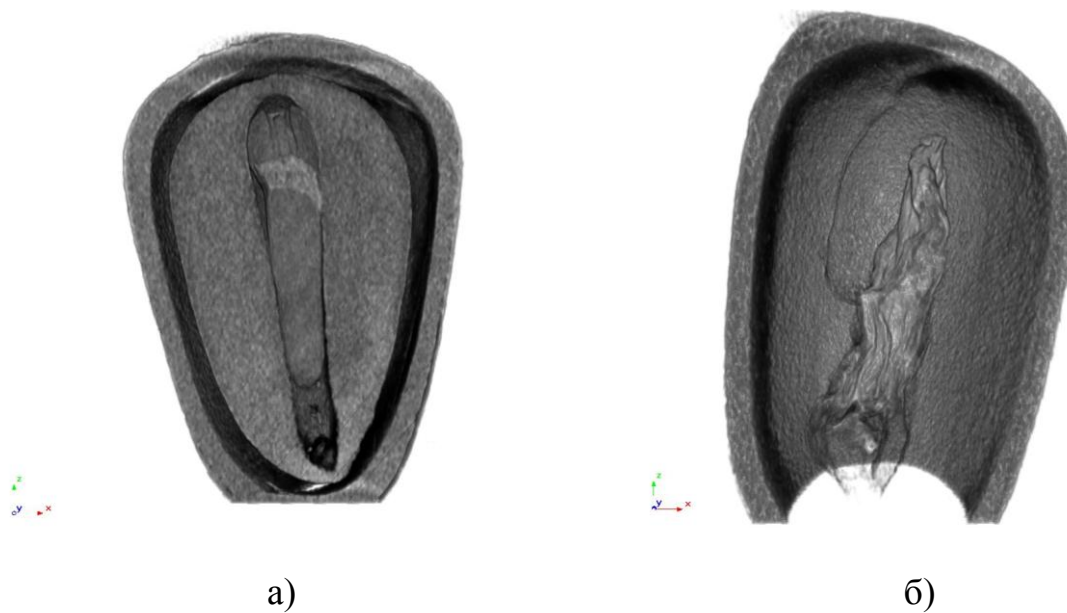


Рис. 3.8.5. Кедровый орех, нормально сформировавшийся (а) и несформировавшийся (б).

На рис. 3.8.6 представлен образец – печатная плата и его объемное представление по результатам томографии.

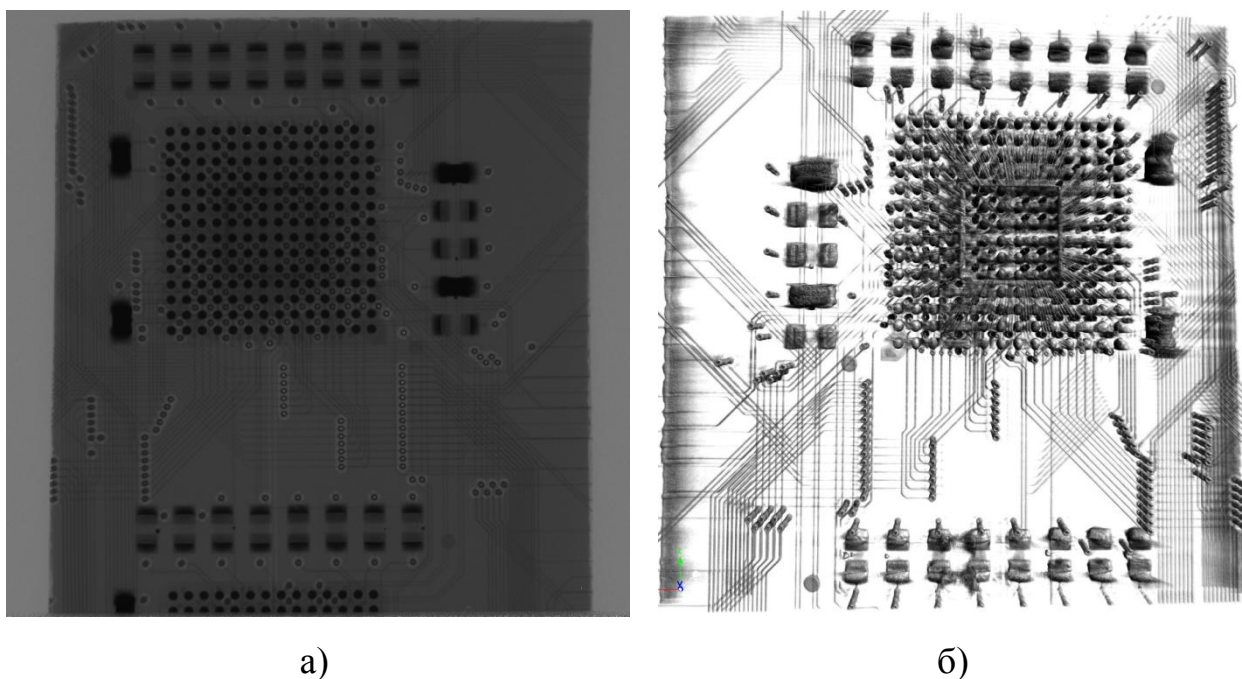


Рис. 3.8.6. Теневая проекция образца (а) и его трехмерное представление после томографии (б).

В данной работе приведены далеко не все задачи, которые решаются на данной установке. В числе выполненных задач – определение толщины покрытий, определение дефектов в мелкогабаритных изделиях из металлов и

полимеров и ряд других задач из области неразрушающего контроля и диагностики.

Выводы. Разработанный рентгеновский микротомограф TOLMI–150–10 позволяет проводить исследования внутренней структуры различных материалов и устройств с пространственным разрешением порядка 10 мкм. Наиболее подходящие материалы для исследований – это полимеры и композиты на их основе, органические материалы, легкие металлы и сплавы, т.е. материалы, в состав которых входят химические элементы с небольшим порядковым номером. Возможно исследование мелкогабаритных изделий из тяжелых металлов и сплавов.

Микротомограф TOLMI–150–10 – довольно компактное и простое в эксплуатации устройство. К тому же он более доступен по цене, чем зарубежные аналоги, что делает его востребованным на российском рынке.

Литература

1. TSNK Laboratory – Рентгеновские микрофокусные аппараты серии РАП-М [Электронный ресурс] Режим доступа: <http://www.tsnk-lab.ru/work/equipment/form/portable/rapm/> 01.11.2012.
2. Remote RadEye Systems – Products – Rad-icon Imaging Corporation [Электронный ресурс] Режим доступа: <http://www.rad-icon.com/products-remote.php/> 01.11.2012.
3. PI: Products | Linear Slide, Translation Stage, Motorized Stage; Motorized Linear Stage; Hexapod; Precision Positioning Stage; Motion Control Stage, Z-Stage, Linear Slide, Linear Table [Электронный ресурс] Режим доступа: <http://www.physikinstrumente.com/en/products/micropositioning/index.php/> 01.11.2012.
4. SkyScan: Microtomography, Nanotomography, Non-invasive 3D X-Ray Microscopy [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://www.skyscan.be/> 01.11.2012.

Батранин Андрей Викторович, Томский политехнический университет, инженер. Тел.: 7 923 242 83 43, e-mail: batranin@tpu.ru

3.9. Применение детекторов из арсенида галлия в микротомографии

Дедович Дмитрий Владимирович, Шелков Георгий Александрович

Объединенный институт ядерных исследований

В настоящее время практически во всех серийных микротомографах в качестве приемника рентгеновского изображения применяются интегрирующие детекторы (ПЗС-матрицы или плоскопанельные детекторы), использующие кремний в качестве чувствительного материала. Хотя эти приемники прекрасно зарекомендовали себя при проведении исследований, следует отметить их некоторые неустранимые недостатки. Во-первых, механизм формирования и считывания сигнала в этих детекторах обуславливает достаточно высокий уровень шума, который затрудняет исследование малоконтрастных объектов. Во-вторых, малый атомный номер кремния приводит к низкой эффективности регистрации рентгеновских лучей с энергией выше 20 кэВ.

Первого недостатка лишены гибридные матричные детекторы на основе сенсора из монокристалла полупроводника и электроники считывания с возможностью счета отдельных фотонов, в которой усиление и оцифровка сигнала происходит непосредственно в пикселе. В настоящее время работы по созданию такой электроники ведутся в рамках проектов PILATUS [1], XPAD [2] и MEDIPIX [3]. По сравнению с другими устройствами, можно отметить ряд преимуществ подобных детекторов: высокое (лучше 100 мкм) пространственное разрешение, гораздо более низкий уровень шума при комнатной температуре по сравнению с интегрирующими детекторами, высокое быстродействие, возможность использования в качестве сенсора не только кремния, но и любого другого полупроводника. Важной

особенностью применяемой электроники считывания является возможность определения энергии отдельных фотонов при формировании изображения. Эта информация о спектре регистрируемого излучения может быть использована как для повышения качества изображения, так и для определения элементного состава исследуемого объекта. Последнее становится возможным благодаря индивидуальной зависимости коэффициента линейного ослабления от энергии рентгеновского излучения для различных химических элементов. Использование зависимости относительной вероятности фотоэффекта и комптоновского рассеяния – основных процессов взаимодействия излучения с веществом – от атомного номера позволяет идентифицировать легкие элементы. Идентификация тяжелых элементов с $Z > 42$ становится возможна при использовании резких изменений вероятности фотоэффекта при определенных, индивидуальных для каждого элемента пороговых энергиях фотонов на К-крае полосы поглощения.

В экспериментальном микротомографе MARS, разработанном в университете Кентербери (Новая Зеландия), в качестве приемника рентгеновского изображения был использован подобный детектор на основе кремния и микросхемы считывания Medipix, что позволило за одно облучение получать спектральные томографические изображения [4].

Применение гибридных матричных детекторов позволяет решить и вторую проблему, так как в качестве квантово-чувствительного элемента детектора может быть использован полупроводник с высоким коэффициентом поглощения рентгеновских лучей в указанной области спектра. Подобным свойством среди полупроводников обладают арсенид галлия и теллурид кадмия, однако последний следует отнести скорее к перспективным материалам из-за его высокой стоимости и отсутствия массовой технологии производства детекторов на его основе. Что касается арсенида галлия, то основным фактором, ограничивающим его широкое использование при производстве детекторов, является малая толщина

квантово-чувствительного слоя у всех известных в мировой практике образцов, обусловленная неоднородным распределением напряжённости электрического поля внутри полупроводника. Однако, данная проблема была успешно сотрудниками Томского государственного университета, которые разработали технологию производства арсенида галлия, компенсированного хромом (GaAs:Cr) [5]. Применение этого материала позволяет достичь толщины чувствительного слоя в детекторе вплоть до 1 мм и одновременно почти втрое уменьшить уровень темновых токов [6].

В Объединенном институте ядерных исследований (г. Дубна) были изготовлены первые гибридные матричные детекторы на основе арсенида галлия, компенсированного хромом, и электроники считывания с возможностью счета отдельных фотонов, с размером пикселя $55 \times 55 \text{ мкм}^2$. Проведенные испытания показали работоспособность и хорошие характеристики новых детекторов [7]. Применение этих детекторов в качестве приемника рентгеновского изображения в микротомографии позволит существенно увеличить эффективность регистрации фотонов и снизить уровень шума, что даст возможность значительно улучшить качество изображения и одновременно снизить лучевую нагрузку на образец. Особенно важными эти преимущества окажутся при рентгеновском исследовании малоконтрастных (мягких) тканей, а также при ангиографических и маммографических исследованиях, требующих высокого пространственного разрешения и хорошего качества изображения. Примеры изображений, полученных с использованием новых детекторов, показаны на рис. 3.9.1.

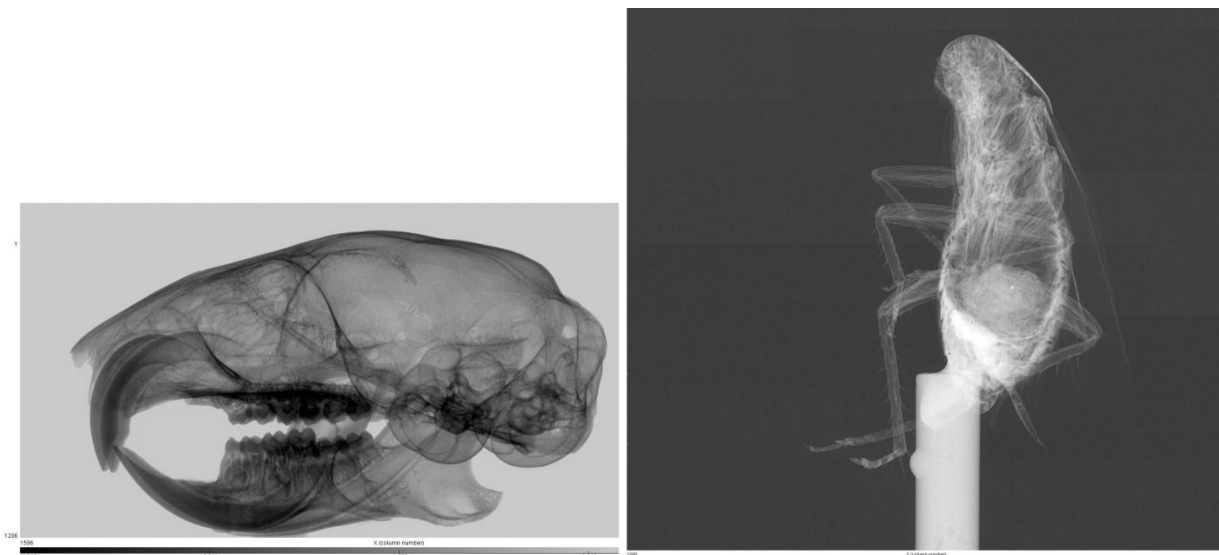


Рис. 3.9.1. Примеры рентгеновских изображений, полученных с помощью разработанного в ОИЯИ детектора на основе арсенида галлия, компенсированного хромом. Изображение получено в группе М.Фидерле (Фрайбургский университет) в ходе выполнения проекта GALAPAD.

Кроме того, возможность определения элементного состава исследуемого объекта открывает широкие возможности при проведении медико-биологических исследований. В качестве примера можно привести идентификацию объектов, богатых кальцием (например, микрокальцинаты), которые хорошо различимы на однородном фоне, но трудно идентифицируемы на фоне инфильтративных и рубцовых изменений. Вторым важным приложением является идентификация рентгеноконтрастных веществ (йод, соли гадолиния и др.), в том числе в КТ-плотных тканях. При этом становятся возможны как применение новых рентгеноконтрастных веществ (золото, платина), так и последовательное использование нескольких контрастных веществ при исследовании динамики процесса.

В настоящее время ведется подготовка к установке в ОИЯИ модифицированного микротомографа MARS, использующего в качестве приемника рентгеновского изображения новые детекторы на основе арсенида галлия, компенсированного хромом.

Литература

1. P. Kraft et al. ``Performance of single-photon-counting PILATUS

detector modules" // J. Synchrotron Radiat. 16 (2009) 368

2. P.Pangaud et al., ``XPAD3: A new photon counting chip for X-ray CT-scanner" // Nucl. Instrum. and Meth. A571 (2007) 321

3. R. Ballabriga et al., ``The Medipix3 prototype, a pixel readout chip working in single photon counting mode with improved spectrometric performance" // IEEE Trans. Nucl. Sci. 54 (2007) 1824

4. .Zainon, R. et al., ``Construction and Operation of the MARS-CT Scanner" // Bandung, Indonesia: International Conference on Instrumentation, Control and Automation (ICA 2009), 20-22 Oct 2009.

5. A.V.Tyazhev et al., "GaAs radiation imaging detectors with an active layer thickness up to 1mm" // Nucl. Instrum. and Meth. A509 (2003) 34–39

6. Айзенштат, Г. И. и др. «Токоперенос в детекторах на основе арсенида галлия, компенсированного хромом» // Физика и техника полупроводников. - 2007. - Т. 41, Вып. 5. - С. 631-634

7. L.Tlustos, G.Shelkov, O.Tolbanov, ``Characterisation of a GaAs(Cr) Medipix2 hybrid pixel detector" // Nucl. Instrum. and Meth. A 633(2011) S103

Дедович Дмитрий Владимирович, Объединенный Институт Ядерных Исследований, научный сотрудник. Тел.: 0074962163462 (раб.), 0079164743251, e-mail: dmitry.dedovich@cern.ch

