

УДК 539.3 + 622.831.31

**СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ИЗРЕЗАННОСТИ
РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ЗЕРЕН СИЛЬВИНА,
ШПАТОВОЙ СОЛИ И КАРНАЛЛИТА В НАНОДИАПАЗОНЕ**

В. Н. Аптуков, В. Ю. Митин

*Пермский государственный национальный исследовательский университет,
E-mail: aptukov@psu.ru,
ул. Букирева, 15, 614990, г. Пермь, Россия*

Статья посвящена изучению статистических свойств поверхности зерен сильвина, шпатовой соли и карналлита в нанодиапазоне. Представлены результаты обработки экспериментальных данных, полученных на зондовом сканирующем микроскопе Dimension ICON в нанодиапазоне для зерен соляных пород Верхнекамского месторождения калийных и калийно-магниевого солей. В качестве параметра, характеризующего степень изрезанности поверхности, используется фрактальная размерность, определяемая методом минимального покрытия. Обнаружены различия в статистических свойствах одномерных срезов рельефа вдоль различных направлений.

Соляные породы, зерно, Dimension ICON, нанодиапазон, фрактальная размерность, метод минимального покрытия

ВВЕДЕНИЕ

Степень изрезанности микрорельефа некоторой поверхности определяется путем оценки статистических свойств поверхности в целом (двухмерный вариант) или вдоль выбранных направлений путем оценки фрактальных характеристик кривой сечения (одномерный вариант). Известно, что фрактальная размерность поверхности может быть эффективной характеристикой для некоторых физических свойств, например полукристаллов металлов [1]. Для соляных пород первые попытки оценить статистические свойства (параметр Херста) вдоль некоторых кривых в микродиапазоне с помощью экспериментальных данных, полученных на приборе NanoTest-600, сделаны авторами [2] с целью установления корреляции с механическими свойствами [3]. В статье представлены результаты обработки экспериментальных данных, полученных на зондовом сканирующем микроскопе Dimension ICON в нанодиапазоне для зерен сильвина, шпатовой соли и карналлита Верхнекамского месторождения калийных и калийно-магниевого солей. Образцы готовились путем скалывания зерна по некоторой поверхности — с раковистым изломом (карналлит) и спайности (шпатовая соль и сильвин). В качестве пара-

Работа выполнена при финансовой поддержке аналитической ведомственной целевой программы “Развитие научного потенциала высшей школы”.

метра, характеризующего степень изрезанности поверхности, используется фрактальная размерность, определяемая методом минимального покрытия [4], а также с помощью обобщения этого метода на двухмерный случай.

1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ЗЕРНА СИЛЬВИНА, ШПАТОВОЙ СОЛИ И КАРНАЛЛИТА

Экспериментальные данные по микрорельефу получены на сканирующем зондовом микроскопе Dimension ICON для фрагмента поверхности молочно-белого сильвина. Изучены 2 участка размерами 40×40 мкм с визуально более гладкой (рис. 1) и шероховатой (рис. 2) поверхностью, число точек сканирования 1024×1024 , шаг сканирования около 39.1 нм.

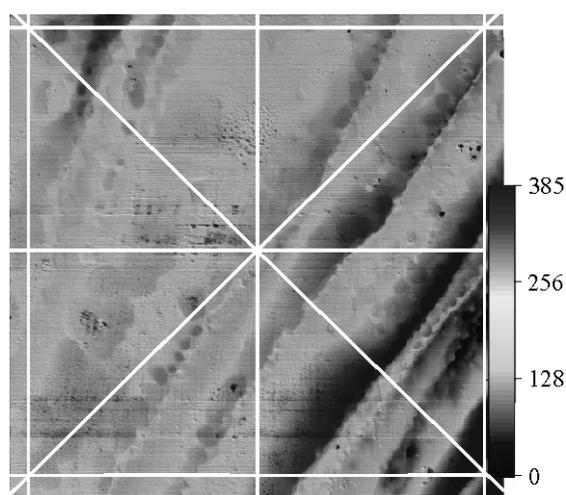


Рис. 1. Рельеф поверхности молочно-белого сильвина, шкала высоты рельефа, в нм

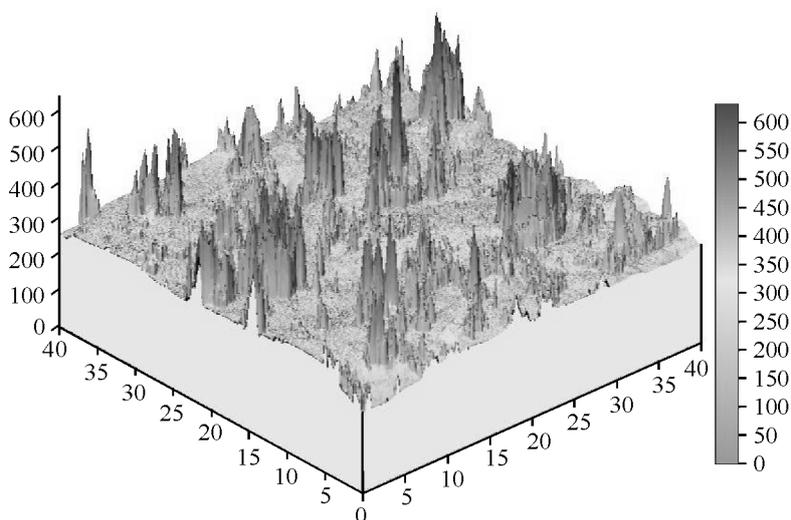


Рис. 2. 3D изображение рельефа поверхности сильвина 40×40 мкм, высота рельефа, в нм

Исследованы 2 участка зерна шпатовой соли размерами 40×40 мкм с областью внутри плоскости спайности (рис. 3) и областью на границе 2-х зерен (рис. 4), число точек сканирования 1280×1280 , шаг сканирования около 31.3 нм.

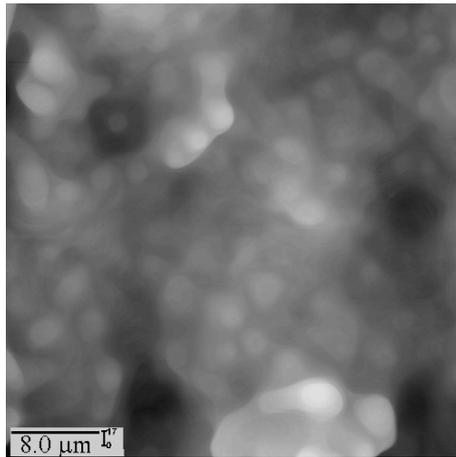


Рис. 3. Рельеф поверхности спайности шпатовой соли

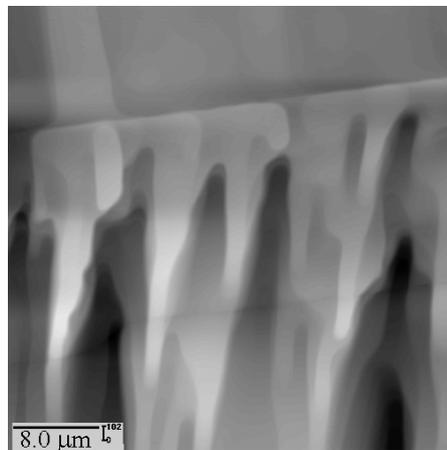


Рис. 4. Рельеф поверхности шпатовой соли (сверху — поверхность спайности, снизу — зерно с другой ориентацией)

Рассмотрены 2 участка зерна карналлита размерами 40×40 мкм с областью без кристаллов (гладкой) на поверхности зерна (рис. 5) и с большими кристаллами правильной формы — солей высаливания (рис. 6), число точек сканирования 1280×1280, шаг сканирования около 31.3 нм.

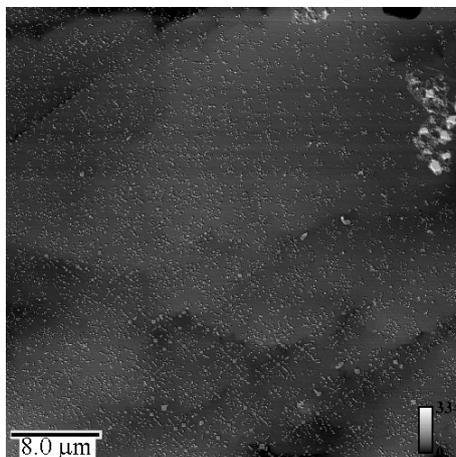


Рис. 5. Рельеф “гладкой” поверхности карналлита

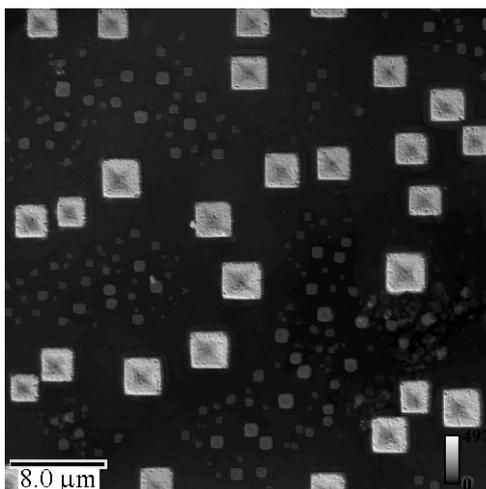


Рис. 6. Рельеф поверхности карналлита с кристаллами солей высаливания

2. ФРАКТАЛЬНАЯ РАЗМЕРНОСТЬ И МЕТОДЫ ЕЕ ОЦЕНКИ

Понятие фрактальной размерности широко используется в естественных и гуманитарных науках при обработке и анализе различных экспериментальных данных, обладающих случайным характером [5]. Название фрактала возникло в работах Мандельброта [6], который определял его как “множество, размерность Хаусдорфа–Безиковича которого строго больше его топологической размерности”.

Хаусдорф [7] предложил следующее определение размерности D для компактного множества в произвольном метрическом пространстве:

$$D = \lim_{\delta \rightarrow +0} \frac{\log N(\delta)}{\log(1/\delta)}, \quad (1)$$

где $N(\delta)$ — минимальное количество шаров радиуса δ , покрывающих это множество.

Из (1) следует, что $N(\delta) \sim (1/\delta)^D$. Таким образом, размерность D — показатель расходимости ряда $N(\delta)$ по степенному закону. Здесь и далее символ “ \sim ” означает “равенство асимптотически в пределе” при $\delta \rightarrow +0$.

Классическим природным фракталом является длина береговой линии. Его обнаружил Ричардсон при измерении периметра береговой линии. Рассчитывая размеры в различных масштабах, он установил зависимость, близкую к линейной, между логарифмом масштабного фактора и логарифмом периметра. Таким образом, периметр при уменьшении масштабного фактора расходится по степенному закону

$$P(\delta) \sim \delta^{-\alpha}, \quad (2)$$

где $P(\delta)$ — периметр, соответствующий разрешению δ .

Следовательно береговая линия есть фрактал с размерностью $D = \alpha + 1$.

Известны многочисленные методы и алгоритмы вычисления фрактальной размерности одномерных рядов, а также теоретические оценки для искусственных фракталов, например [8, 9]. В данной работе будем использовать метод минимального покрытия, предложенный авторами [4] для вычисления фрактальной размерности временной функции с целью ускорения сходимости.

Фрактальная размерность может вычисляться непосредственно через клеточную размерность D_c , для нахождения которой плоскость с графиком разбивается на квадраты размером δ и определяется их число $N(\delta)$, где имеется хотя бы одна точка этого графика. Затем меняется величина δ и в двойном логарифмическом масштабе строится график функции $N(\delta)$, по которому методом наименьших квадратов строится прямая линейной регрессии. Величина D_c определяется по наклону этой прямой. Для надежного значения D_c , необходим ряд, содержащий несколько тысяч данных. Однако внутри такого ряда экспериментальные сведения (как правило) меняют характер поведения. Чтобы связать локальный характер кривой с фрактальной размерностью ряда, требуется установить размерность D локально. Для этого нужно найти более оптимальную последовательность аппроксимаций.

Из соотношения (1) следует, что

$$N(\delta) \sim \delta^{-D}. \quad (3)$$

Умножая (3) на δ^2 , определение размерности можно свести к анализу расходимости степенного закона для площади аппроксимаций

$$S(\delta) \sim \delta^{2-D}. \quad (4)$$

Форма (4), в отличие от (3), не требует, чтобы аппроксимирующие симплексы были одинаковыми — достаточно того, чтобы они имели один и тот же геометрический фактор δ . Это позволяет использовать аппроксимации, наилучшим образом покрывающие график функции.

Процедура вычисления фрактальной размерности на основе клеточной размерности минимального покрытия состоит в следующем. Вводится клеточное разбиение отрезка $\omega_m = [a = t_0 < t_1 < \dots < t_m = b]$, $\delta = (b - a) / m$, далее строится минимальное покрытие функции $f(t)$ в классе покрытий, состоящих из прямоугольников с основанием δ . Высота прямоугольника на отрезке $[t_{i-1}, t_i]$ равна величине $A_i(\delta)$ (разности между максимальным и минимальным значением функции на этом отрезке). Вводится величина

$$V_f(\delta) \equiv \sum_{i=1}^m A_i(\delta), \quad (5)$$

называемая амплитудной вариацией функции $f(t)$, соответствующей масштабу разбиения δ на отрезке $[a, b]$. Тогда полная площадь покрытия

$$S_\mu(\delta) = V_f(\delta)\delta, \quad (6)$$

причем $S_\mu(\delta)$ — минимальная площадь покрытия графика из класса прямоугольников (минимальное покрытие).

Из (3) следует

$$V_f(\delta) \sim \delta^{-\mu}, \quad (7)$$

$$\mu = D_\mu - 1. \quad (8)$$

Показатель μ называется индексом фрактальности (является угловым коэффициентом линии регрессии зависимости (7), выраженной в двойном логарифмическом масштабе), а размерность D_μ — размерностью минимального покрытия. В пределе при $\delta \rightarrow +0$ имеем $D_c = D_\mu$.

В работе [4] показано, что для реальных временных рядов использование минимальных покрытий вместо клеточных позволяет существенно уменьшить количество данных, необходимых для определения фрактальной размерности, и использовать индекс фрактальности для локального анализа временных рядов.

Можно представить следующее обобщение метода минимального покрытия на двухмерный случай. Пусть дана некоторая функция $f(x, y)$.

Обозначим $A_{ij}(\delta) = \max_{\substack{x_i \leq x \leq x_{i+1} \\ y_j \leq y \leq y_{j+1}}} f(x, y) - \min_{\substack{x_i \leq x \leq x_{i+1} \\ y_j \leq y \leq y_{j+1}}} f(x, y)$ — размах функции $f(x, y)$ на прямоугольном участке $\begin{cases} x_i \leq x \leq x_{i+1} \\ y_j \leq y \leq y_{j+1} \end{cases}$, принадлежащем полному прямоугольнику $[a, b] \times [c, d]$. Тогда амплитудная вариация функции $f(x, y)$, соответствующей масштабу разбиения δ на участке $[a, b] \times [c, d]$, определяется следующим образом: $V_f(\delta) \equiv \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m A_{ij}(\delta)$. Пусть существует асимптотическое равенство $V_f(\delta) \sim \delta^{-\mu}$, а индекс фрактальности μ находят как угловой коэффициент линии регрессии экспериментального ряда $\ln V_f(\delta) \sim -\mu \ln \delta$.

В данном алгоритме рассматривается минимальное покрытие из класса правильных четырехугольных призм суммарного объема $W_f(\delta)$. Исходя из соотношения $W_f(\delta) \sim \delta^{3-D_\mu}$, имеем $V_f(\delta) = \frac{W_f(\delta)}{\delta^2} \sim \delta^{1-D_\mu}$, таким образом, справедливо соотношение $D_\mu = 1 + \mu$.

3. ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ И АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

Рассмотрены кривые микрорельефа (сечения поверхности) вдоль нескольких ориентированных отрезков (см. белые линии на рис. 1): горизонтальных $G1$ (сверху), $G2$ (посередине) и $G3$ (снизу); вертикальных $V1$ (слева), $V2$ (посередине) и $V3$ (справа); диагональных RU и RD . В вышеприведенных обозначениях: G — горизонталь; V — вертикаль; R — движение вправо; U — движение вверх; D — движение вниз.

Вычисление фрактальной размерности по методу минимального покрытия [4] показало, что значения фрактальной размерности D_μ (средние по направлению) кривых микрорельефа могут значительно отличаться вдоль различно ориентированных отрезков. Результаты для молочного белого силвина представлены в табл. 1.

ТАБЛИЦА 1

$G1$	$G2$	$G3$	$V1$	$V2$	$V3$	RU	RD
1.180	1.161	1.332	1.434	1.425	1.135	1.225	1.433

Согласно табл. 1 наблюдаются значительные различия D_μ , достигающие 23.5% (между направлениями $G2$ и $V1$), что свидетельствует о наличии анизотропии статистических свойств кривых микрорельефа (сечений поверхности) вдоль различных направлений в плоскости образца.

На рис. 7 показан “эллипс” величин фрактальной размерности D_μ для направлений, проходящих через центр исследуемой области $G2$, $V2$, RU и RD . В рамках предположения о существовании кривой второго порядка (эллипса) распределения величины фрактальной размерности

по углу, максимальная фрактальная размерность достигается на направлении приблизительно $60-70^\circ$ к горизонтальной оси, а минимальная — соответственно в перпендикулярном направлении. Это согласуется с визуальной оценкой характера поверхности на рис. 1.

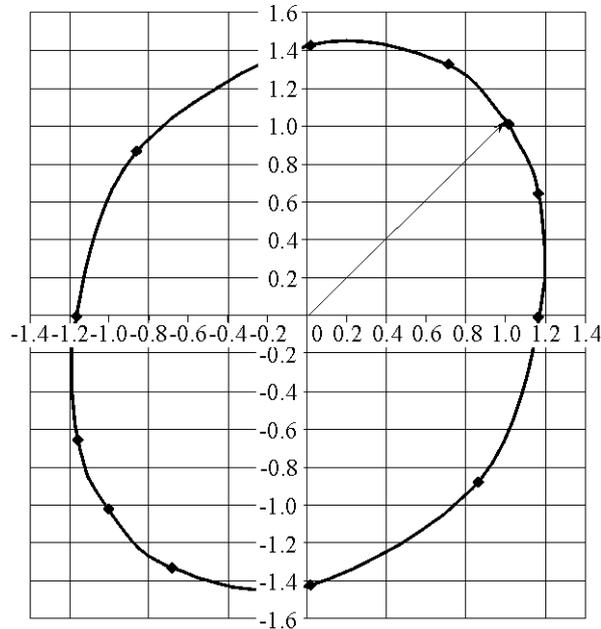


Рис. 7. “Эллипс” фрактальной размерности для различных направлений (величина D_μ определяется длиной радиус-вектора кривой в соответствующем направлении)

В табл. 2 представлены данные, аналогичные табл. 1, полученные для молочно-белого сельвина (визуально более шероховатая поверхность, см. рис. 2).

ТАБЛИЦА 2

$G1$	$G2$	$G3$	$V1$	$V2$	$V3$	RU	RD
1.182	1.124	1.160	1.183	1.138	1.118	1.220	1.168

Максимальные различия в величине D_μ составляют всего 9.1 % (между направлениями RU и $V3$), что позволяет говорить о слабой анизотропии статистических свойств данной поверхности. Средняя фрактальная размерность здесь гораздо ниже $\langle D_\mu \rangle = 1.172$, чем в предыдущем варианте $\langle D_\mu \rangle = 1.303$.

ТАБЛИЦА 3

$G1$	$G2$	$G3$	$V1$	$V2$	$V3$	RU	RD
1.296	1.318	1.270	1.436	1.448	1.529	1.272	1.206

В табл. 3, 4 показаны сведения, аналогичные табл. 1, полученные для шпатовой соли (табл. 3 — для области на поверхности спайности, табл. 4 — для области, лежащей на границе поверхности спайности и поверхности кристалла, ориентированного под некоторым углом к поверхности спайности).

Различия в значениях D_μ достигают 26.8% (между направлениями RD и $V3$), что также свидетельствует о достаточно сильной анизотропии статистических свойств поверхности. Величина фрактальной размерности всей поверхности, вычисленная по двумерному алгоритму, будет $D_\mu(2D) = 2.461$.

ТАБЛИЦА 4

$G1$	$G2$	$G3$	$V1$	$V2$	$V3$	RU	RD
1.054	1.032	1.339	1.232	1.236	1.231	1.034	1.081

Различия в величине D_μ достигают 29.5% (между направлениями RU и $G3$) — сильная анизотропия. Фрактальная размерность всей поверхности, вычисленная по двумерному алгоритму, дает значение $D_\mu(2D) = 2.114$.

В табл. 5, 6 приведена аналогичная информация, полученная для карналлита (табл. 5 — для области на “гладкой” поверхности, табл. 6 — для области с большими кристаллами правильной формы — соли высаливания).

ТАБЛИЦА 5

$G1$	$G2$	$G3$	$V1$	$V2$	$V3$	RU	RD
1.296	1.317	1.270	1.352	1.332	1.277	1.308	1.285

Различия в величине D_μ достигают 6.5%, что дает возможность расценивать данный вариант как близкий к изотропному. Величина фрактальной размерности всей поверхности, вычисленная по двумерному алгоритму, дает значение $D_\mu(2D) = 2.223$.

ТАБЛИЦА 6

$G1$	$G2$	$G3$	$V1$	$V2$	$V3$	RU	RD
1.175	1.200	1.128	1.139	1.136	1.135	1.125	1.109

Различия в величине D_μ достигают 8.2%, что также позволяет считать данный случай близким к изотропному. Фрактальная размерность всей поверхности, вычисленная по двумерному алгоритму, дает значение $D_\mu(2D) = 2.133$.

Анализ фрактальной размерности проводился для всех строк и столбцов каждого эксперимента. Например, на рис. 8 показана зависимость среднего по строке сканирования индекса фрактальности $\mu = D_\mu - 1$ от номера строки (т. е. по вертикали) для “гладкой” области зерна карналлита (см. рис. 5). Очевидно, что фрактальные свойства поверхности здесь практически не меняются по вертикали, а индекс фрактальности находится в диапазоне $\mu \approx 0.25 - 0.35$.

На рис. 9 показана аналогичная зависимость для участка зерна шпатовой соли, изображенного на рис. 4. В верхней части области поверхность практически гладкая — $\mu \approx 0.02 - 0.05$. В нижней части, где осуществляется переход в граничное зерно, поверхность которого не является поверхностью спайности, индекс фрактальности возрастает до $\mu \approx 0.3 - 0.35$.

Рис. 8. Зависимость среднего по строке фрактального индекса μ от номера строки для карналлитаРис. 9. Зависимость среднего по строке фрактального индекса μ от номера строки для шпатовой соли

Оценка степени анизотропии изученных срезов поверхности зерен соляных пород позволяет сделать следующее заключение. Сравнительно “гладкую” поверхность зерна карналлита (см. рис. 5) можно считать изотропной относительно фрактальной размерности ориентированных одномерных срезов. Анизотропия фрактальной размерности поверхности спайности кристалла сильвина и шпатовой соли приблизительно одинакова, достигает 26–30%. В некоторых отдельных областях наблюдаются почти идеально гладкие поверхности с $D_\mu = 1.03–1.05$ (шпатовая соль, рис. 4 — верхняя часть). Максимальные шероховатости достигаются на границе кристаллов, ориентированных под углом друг к другу (шпатовая соль, рис. 4 — нижняя часть), и значения D_μ на этих участках не превышают 1.45–1.5.

Абсолютный разброс высоты рельефа в некоторых областях спайности шпатовой соли не превышает 10–15 нм, тогда как в областях интенсивного роста кристаллов (соли высаливания) разброс высоты рельефа достигает 500–600 нм. Максимальная фрактальная размерность наблюдается, тем не менее, у областей с минимальным разбросом рельефа по высоте.

ВЫВОДЫ

1. Выполнено сканирование нанорельефа поверхности спайности зерен сильвина, шпатовой соли и поверхности излома карналлита с помощью зондового микроскопа Dimension ICON.

2. С помощью метода минимального покрытия получена оценка фрактальной размерности измеренных поверхностей в целом (двухмерный вариант) и вдоль срезов различных направлений (одномерный вариант).

3. Обнаружены различия в статистических свойствах одномерных срезов рельефа вдоль различных направлений. Анизотропия фрактальной размерности поверхностей спайности зерен сильвина и шпатовой соли достигает 26–30%, тогда как изрезанность поверхности зерна карналлита можно считать изотропной.

4. Максимальная фрактальная размерность $D_\mu = 1.45 - 1.5$ наблюдается в областях с минимальным разбросом рельефа по высоте — поверхности зерна шпатовой соли, расположенной под углом к поверхности спайности. На отдельных участках поверхности спайности шпатовой соли наблюдается $D_\mu = 1.03 - 1.05$. Средние значения фрактальной размерности поверхности спайности сильвина и зерна карналлита составляют около 1.3.

Эксперимент на зондовом сканирующем микроскопе проведен сотрудником ПГНИУ канд. физ.-мат. наук И. А. Морозовым.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кузнецов П. В., Петракова И. В., Шрайбер Ю. Фрактальная размерность как характеристика усталости поликристаллов металлов // Физическая мезомеханика. — 2004. — Т. 7. — № 1. Спец. вып.
2. Аптуков В. Н., Митин В. Ю., Скачков А. П. Исследование микрорельефа поверхности сильвина с помощью метода Херста // Вестн. Пермского ун-та: Математика. Механика. Информатика. — 2010. — Вып. 4.
3. Аптуков В. Н., Константинова С. А., Митин В. Ю., Скачков А. П. Механические характеристики зерна сильвина в нано- и микродиапазоне // ФТПРПИ. — 2012. — № 3.
4. Дубовиков М. М., Крянев А. В., Старченко Н. В. Размерность минимального покрытия и локальный анализ фрактальных временных рядов // Вестн. РУДН. — 2004. — Т. 3. — № 1.
5. Федер Е. Фракталы. — М.: Мир, 1991.
6. Мандельброт Б. Фрактальная геометрия природы. — М.: Ин-т компьютер. исслед., 2002.
7. Hausdorff F. Dimension und Ausseres Mass, Mathematische Annalen, 1919, No. 79.
8. Gallant J. C., Moore I. D., Hutchinson M. F., Gessler P. Estimating fractal dimension of profiles: a comparison of methods, Mathematical Geology, 1994, Vol. 265, No. 4.
9. Gneiting T., Sevcikova H., Percival D. Estimator of fractal dimension: assessing the roughness of time series and spatial data, arXiv: 1101.1444v1 [stat. ME] 7 Jan 2011.

Поступила в редакцию 2/XI 2012