

# 煤表面介观形貌特征的二维功率谱分析

肖淑衡<sup>1</sup>, 梁 栋<sup>1\*</sup>, 王云鹤<sup>1,2</sup>, 吴浚泓<sup>3</sup>

(1. 中山大学 工学院 广东 广州 510275 2. 广州大学 土木工程学院 广东 广州 510405 3. 本原纳米仪器有限公司 广东 广州 510070)

**摘 要:** 将分形理论运用于煤的介观表面结构研究, 用分形维数来表征煤表面粗糙度水平. 结合原子力显微镜实验观测手段对煤样品表面进行实验观测, 采用功率谱算法得出煤表面介观的分形参数, 得到的分形维数与理论预测值一致. 表明运用分形理论, 采用功率谱法得出的分形维数来研究煤的表面结构特征是可行的. 图 8, 参 10.

**关键词:** 煤; 分形维数; 原子力显微镜; 功率谱

中图分类号: TQ 531

文献标识码: A

文章编号: 1672-9102(2006)04-0023-04

煤是含有毛细管、裂隙、开孔和闭孔的多元非晶态碳基物质, 由于煤的表面结构的复杂性, 常规的煤表面结构参数——比表面积、孔容及孔径分布不易真实客观地反映煤表面结构特征, 如何寻求到某一参数来真实反映煤表面结构特征, 是一项重要的研究内容.

Mandelbrot<sup>[1]</sup>系统地研究了标度不变性, 创立了分形几何学. 按照分形几何原理, 某些无规则复杂体系具有自相似性, 它是指把研究对象的一部分沿各方向以相同比例放大以后, 其形态与整体相同或相似. 这种组成部分和整体的自相似性就称为分形, 可用分形维数  $D$  来定量描述这些分形结构的自相似性, 分维越大, 表面的复杂程度就越高, 表面有更多和更精细的凹凸、褶皱和缺陷. 分形理论提出后, Avnir 等人首先将分形几何学引入表面结构的研究, 使以微观形貌描述宏观性能从定性的说明到定量的分析成为可能. 随后不少国内外学者在煤的表面结构研究中也应用了分形理论, 取得了若干研究成果<sup>[2-9]</sup>.

将分形维数运用于介观尺度下煤表面特征的研究, 为研究煤复杂表面结构提供了一种新的思路和方法. 通过研究煤表面分维与煤的表面性能的关系, 从全新的角度去认识这些表面特征, 对系统研究开采条件下煤的氧化、自燃特性、突出煤与非突出煤表面结构在介观尺度下的差别提供重要途径. 作者运用分形

理论, 得出了结合原子力显微镜实验观测、采用功率谱法确定煤的分形特征新方法.

## 1 计算方法

对于煤样表面分维的测量, 有多种方法. 结合本实验使用的原子力显微镜扫描(AFM 扫描)的煤样的形貌, 采用功率谱法来计算煤样的表面分维. 煤样表面经 AFM 扫描后形成一系列不同的高度的三维的空间曲面, 曲面上有大小不平的凸起, 它们之间有近似的自相似性. 功率谱分析是一个将时域信息和空间信息浓缩为频域信息的强有力工具. 它反映了表面高度的各种波长成分的绝对分布及相对分布情况.

### 1.1 功率谱的幂律

对于一个非周期函数  $f(x)$ , 可看作周期  $2l$  的周期函数, 因此, 用傅立叶级数可表示为<sup>[10]</sup>

$$f(x) = \lim_{l \rightarrow \infty} f(x) = \lim_{l \rightarrow \infty} \sum_n \frac{1}{2l} \left( \int_{-l}^l f(t) e^{-im\pi t/l} dt \right) e^{-im\pi x/l} \quad (1)$$

令:  $\omega = 2\pi f$ ,  $f = \frac{\omega}{2\pi}$ .

式中  $f$  为频率,  $\omega$  为角频率. 代入式(1)得

$$f(x) = \frac{1}{2} \lim_{l \rightarrow \infty} \sum_n \left[ \left( \int_{-l}^l f(t) e^{-im\pi t/l} dt \right) e^{-im\pi x/l} \right] =$$

收稿日期: 2006-08-26

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50374034)

作者简介: 肖淑衡(1981-), 女, 湖南衡阳人, 硕士, 主要从事能源与燃气安全研究. \* 通讯作者.

$$\frac{1}{2} \int_{-\infty}^{\infty} \left( \int_{-\infty}^{\infty} (t) e^{-t} dt \right) e^{tx} dx .$$

由此可得：

$$(x) = \frac{1}{2} \int_{-\infty}^{\infty} F(\omega) e^{ix} d\omega .$$

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} (t) e^{-i\omega t} dt .$$

式中  $F(\omega)$  为  $(x)$  的傅立叶变换  $F(\omega)$  为频谱密度函数或称频谱。

$(x)$  中的  $x$  可以是时间  $t$ , 也可以是空间坐标. 通过积分运算可转化为以频率  $\omega$  为变量的函数  $F(\omega)$ . 如果  $(t)$  只在  $[0, T]$  的时间间隔内存在, 则在  $(-\infty, 0]$  之间  $(t) = 0$ , 从而式(5)变为

$$F(\omega, T) = \int_0^T (t) e^{-i\omega t} dt. \quad (2)$$

在  $[0, T]$  区间内频谱平方的平均值就定义为功率谱  $S(\omega)$  即

$$S(\omega) = \frac{1}{T} |F(\omega, T)|^2. \quad (3)$$

文献[10]中指出  $(t)$  是一条分形曲线, 它的功率谱  $S(\omega)$  服从幂律, 即

$$S(\omega) \propto \omega^{-2D}. \quad (4)$$

式中：

$$D = 5 - 2D(\text{对曲线}), D = 7 - 2D(\text{对曲面}). \quad (5)$$

## 1.2 功率谱测分维

对一条具体的曲线  $(x)$  进行傅立叶变换后可获得频谱, 在具体区间  $[0, T]$  上按式(2)算出  $F(\omega)$ , 按式(3)求出功率谱  $S(\omega)$ , 对式(4)取对数, 在双对数坐标  $\ln S(\omega) - \ln \omega$  上, 回归直线的斜率  $-2D$ . 然后根据式(5)可求出  $D$ .

## 2 实验观测和数据采集

### 2.1 实验观测仪器

本实验采用国产本原纳米仪器公司生产的原子力显微镜(CSPM3000). CSPM3000 系统可用以扫描检测表面材料的介观尺度表面特性, 包括三维介观形貌数值图像. 原子力显微镜(CSPM3000)由探头、电子控制、计算机和光学显微镜 4 部分组成. 其主要性能指标为: 分辨率可达原子级 (0.1 nm); 检测深度为 100 nm 量级, 最大扫描范围为  $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$  (扫描器 1) 或  $30 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$  (扫描器 2).

测量时, 控制探针在被测样品表面进行扫描, 由于

探针与样品表面间的原子发生相互作用, 将随被测表面的起伏面上下波动. 通过用隧道电流或光学方法检测微悬臂的位移, 实现对探针尖端原子与表面原子之间的排斥力的监测, 进而可测出试件表面的介观尺度形貌.

### 2.2 煤样制备与表面形貌观测

此次实验观测选取大明矿、大同矿、鹤壁矿和平顶山矿 4 种煤样, 用作 SPM 研究的样品制作方法为: 将煤分别沿其层理方向和垂直层理方向切成  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$  的薄片, 并细磨精抛光. 观察前用酒精清洗两遍样品表面, 以清除表面吸附的杂质颗粒.

样品的表面形貌实验观测煤样在室温 (30 °C) 下的表面形貌. 煤样的表面形貌实验利用 CSPM 3000 系统的 V 信号源对样品表面进行扫描, 扫描结束后利用系统的 Image 4.0 后处理软件对扫描图像进行滤波、自动倾斜校正、曲面拟合校正等处理后, 得到煤样样品表面形貌图 (如图 1~4). 从图中可以看出 AFM 形貌图较好地反映了煤样表面的粗糙度情况, 不同煤样表面的粗糙度情况会有所差别.

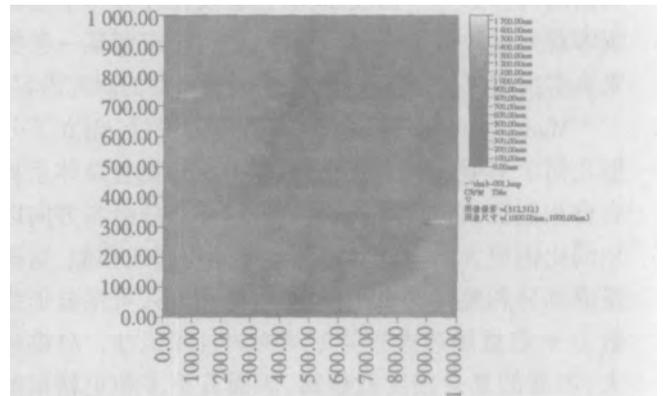


图 1 大明煤样 30 °C 时 AFM 形貌图  
Fig.1 AFM images of Daming coal sample on 30 °C

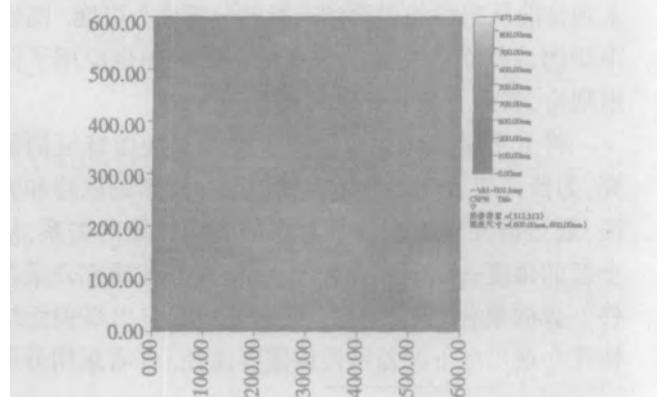


图 2 大同煤样 30 °C 时 AFM 形貌图  
Fig.2 AFM images of Datong coal sample on 30 °C

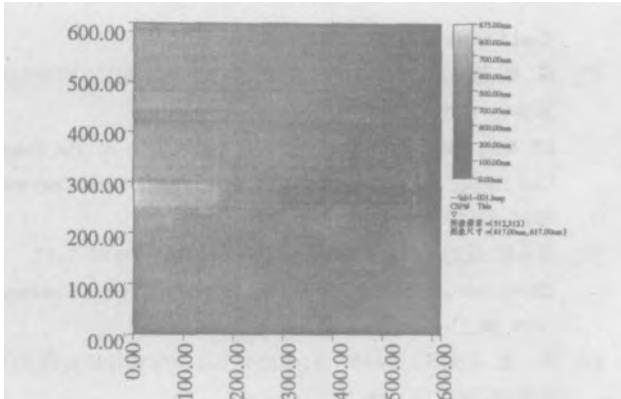


图3 鹤壁煤样 30℃时 AFM 形貌图

Fig.3 AFM images of Hebi coal sample on 30℃

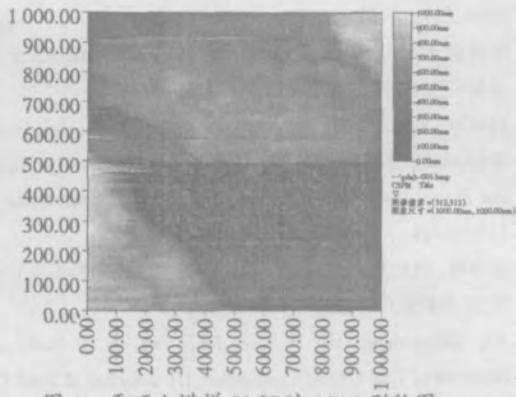


图4 平顶山煤样 30℃时 AFM 形貌图

Fig.4 AFM images of Pingdingshan coal sample on 30℃

### 3 结果分析与讨论

扫描结束后利用系统的 Image4.0 后处理软件中进行功率谱密度分析, 分别对频率  $\omega$  和功率谱  $S(\omega)$  取对数, 在双对数坐标  $\ln S(\omega)$  -  $\ln \omega$  上, 回归直线的斜率为  $-D$ 。然后根据式(5)求出分形维数  $D$ 。即

$$\ln S(\omega) = A + (2D - 7) \ln \omega$$

由图 5~图 8 可以看出, 实验的几种煤样的频率和功率谱  $S(\omega)$  的线性相关性都比较好, 符合煤表面结构的自相似性, 因此, 采用分形理论研究煤的表面结构是适合的。

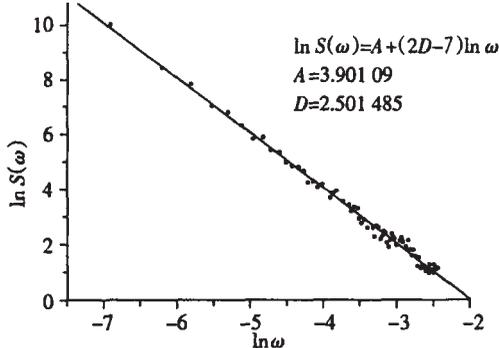


图5 大明煤样 30℃  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  图

Fig.5  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  chart of Daming coal sample on 30℃

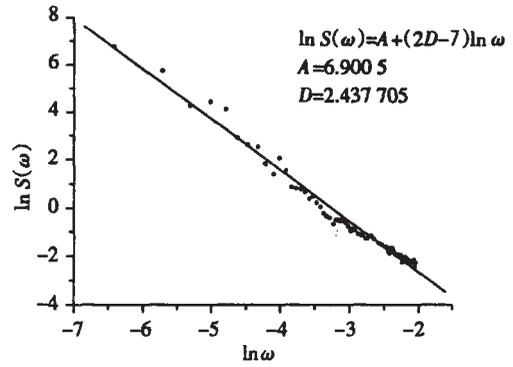


图6 大同煤样 30℃  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  图

Fig.6  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  chart of Datong coal sample on 30℃

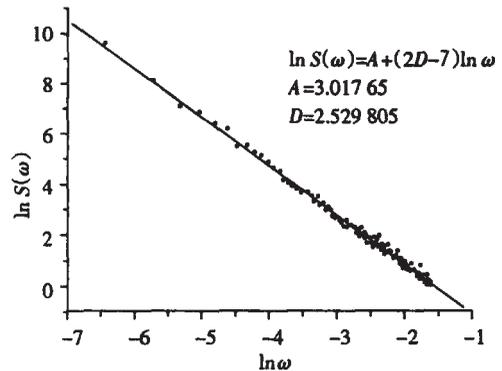


图7 鹤壁煤样 30℃  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  图

Fig.7  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  chart of Hebi coal sample on 30℃

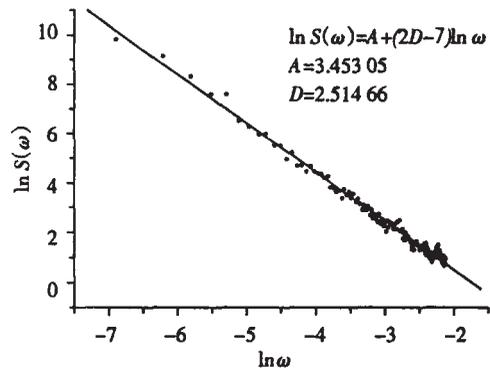


图8 平顶山煤样 30℃  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  图

Fig.8  $\ln \omega - \ln S(\omega)$  chart of Pingdingshan coal sample on 30℃

煤具有复杂的表面结构, 不同的煤样, 其表面结构不同, 分形维数也不同. 计算得到几种煤样的分形维数都在 2~3 之间, 与理论预测值一致, 可见, 运用分形理论, 采用功率谱法得出的分形维数来研究煤的表面结构特征是可行的。

### 4 结论

运用分形理论结合原子力显微镜观测, 通过功率谱密度分析得出分形维数来研究煤表面结构是一种新的研究途径. 分形维数  $D$  是准确表征煤表面形态的特征参数, 它可以衡量物质表面的不规则性, 提供一

些传统的表面粗糙度评定参数所不能提供的信息。表面分形维数越大,表面结构越复杂。采用功率谱法来计算得到煤表面的分形维数都在2~3之间,与理论预测值一致。通过研究煤表面分维与煤的表面性能的关系,可以帮助人们从全新的角度去认识这些表面特征,对系统研究开采条件下煤的氧化、自燃特性、突出煤与非突出煤在介观尺度下的差别,从而可以从更深层次认识这些过程的机理,提供了新的研究手段,具有重要的意义。

#### 参考文献:

- [1] MANDELBROT B B. The Fractal Geometry of Nature [M]. San Francisco: Freeman, 1982.
- [2] 胡大为, 吴争鸣, 李凡, 等. 从煤的表面特性研究煤燃烧过程[J]. 煤炭转化, 1998, 21(3): 7-13.  
HU Da-wei, WU Zheng-ming, LI Fan, et al. The Study on the Behaviour of Coal Combustion from Its Surface Structure [J]. Coal Conversion, 1998, 21(3): 7-13.
- [3] 李建伟, 葛岭梅, 郑宁, 等. 单颗粒煤/氧反应动力学分形模型推导[J]. 西安科技学院学报, 2003, 23(3): 277-286.  
LI Jian-wei, GE Ling-mei, ZHENG Ning, et al. Fractal Reaction Model for Single Coal Particle/Oxygen System [J]. Journal of Xi'an University of Science and Technology, 2003, 23(3): 277-286.
- [4] 张立安, 朱继升, 徐龙, 等. 分形学在煤直接液化催化剂表征中的应用[J]. 煤炭转化, 2000, 23(3): 48-52.  
ZHANG Li-an, ZHU Ji-sheng, XU Long, et al. Application of Surface Fractal to Characterization of Direct Coal Liquefaction Catalysts [J]. Coal Conversion, 2000, 23(3): 48-52.
- [5] 辜敏, 陈昌国, 张代钧, 等. 煤的表面分形及其随压力的变化[J]. 煤炭转化, 1999, 22(2): 36-38.  
GU Min, CHEN Chang-guo, ZHANG Dai-jun, et al. The Fractal of Coal Surface and Its Dependence on Pressure [J]. Coal Conversion, 1999, 22(2): 36-38.
- [6] 曾凡桂. 煤的分形表面结构[J]. 煤炭转化, 1995, 18(2): 7-13.  
ZENG Fan-gui. The Fractal Surface of Coal [J]. Coal Conversion, 1995, 18(2): 7-13.
- [7] 孙波, 王魁军, 张兴华, 等. 煤的分形孔隙结构特征的研究[J]. 煤矿安全, 1999, (1): 38-40.  
SUN Bo, WANG Kui-jun, ZHANG Xing-hua, et al. Research into the Fractal Character of Pore Structures in Coal [J]. Coal Mine Safety, 1999, (1): 38-40.
- [8] 张佳丽, 谯伦建, 张如意, 等. 热解温度与煤焦微结构及分形特征关系研究[J]. 煤炭转化, 2004, 27(2): 26-29.  
ZHANG Jia-li, QIAN Lun-jian, ZHANG Ru-yi, et al. Study on the Relationship Between the Pyrolysis Temperature and the Microstructure and Fractal Dimension of Coal or Char [J]. Coal Conversion, 2004, 27(2): 26-29.
- [9] 吴争鸣, 胡大为, 任军, 等. 煤燃烧过程中表面形态变化规律的研究[J]. 燃料化学学报, 2001, 29(1): 24-28.  
WU Zheng-ming, HU Da-wei, REN Jun, et al. Study on Surface Structure of Coal During Combustion [J]. Journal of Fuel Chemistry and Technology, 2001, 29(1): 24-28.
- [10] 褚武扬. 材料科学中的分形[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.  
CHU Wu-yang. Fractal in Material Science [M]. Beijing: Chemistry Industry Press, 2004.

## Analysis of Coal Surface Mesoscopic - Topography by 2D Power Spectrum

XIAO Shu-heng<sup>1</sup>, LIANG Dong<sup>1</sup>, WANG Yun-he<sup>1,2</sup>, WU Jun-hong<sup>3</sup>

(1.School of Engineering, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China; 2.School of Civil Engineering, Guangzhou University, Guangzhou 510405, China; 3.Being Nano-Instruments Ltd, Guangzhou 510070, China)

**Abstract:** The research significance about the mesoscopic scale surface of coal structure was introduced, the centform theories was made use of in the research of mesoscopic coal surface structure, fractal dimension was adopt to show the surface roughness. Atomic force microscope was used to experiment, combine with the experiment result, two-dimensional power spectral method was adopt to research the fractal characteristic of coal. The agreement of fractal dimension between calculational result and theoretic result is good. Result shows that use power spectrum and the centform theories to research the fractal characteristic of coal surface structure is feasible. 8 figs., 10 refs.

**Key words:** coal; fractal dimension; atomic force microscope; power spectrum

**Biography:** XIAO Shu-heng, female, born in 1981, M.E., energy sources and safety of natural gas.