

基于纳米压痕和 FE-SEM 技术探究页岩页理结构对其微—宏观力学行为的影响

解馨慧^{1,2)}, 邓虎成³⁾, 胡蓝霄³⁾, 何建华³⁾, 李瑞雪³⁾,
毛金昕³⁾, 李柏洋¹⁾

1) 成都理工大学地球物理学院, 成都, 610059;

2) 成都理工大学博士后科研流动站, 成都, 610059;

3) 成都理工大学能源学院, 成都, 610059

关键词: 纳米压痕; FE-SEM 技术; 页岩页理结构; 力学性质

页岩颗粒具有多变的几何形状与复杂的排列组合方式, 在宏、细及微观尺度上分别体现为层理、层偶及颗粒的定向排列结构。笔者等以鄂尔多斯盆地长 7 页岩为研究对象, 基于大量的扫描电镜图像确立了颗粒粒度分布分形维数、颗粒与孔隙定向分形维数等刻画页岩颗粒定向排列的指标, 立足于上述表征结果与“结构熵: 概念, 建立量化表征页岩页理结构的“结构定向熵”(SOE)模型。借助纳米压痕实验测量了页岩矿物颗粒的微观力学性质, 并采用 Mori-Tanaka 模型的方法实现微观力学参数尺度升级, 分析同一视域下页岩页理结构与弹性模量的联系, 结果发现页岩页理化程度越高, 岩石的弹性模量越低。该研究成果有助于从微观上理解页岩颗粒的排列组构对其力学性质的影响, 并且建立了力学性质“微观—宏观”连接的桥梁。

1 页岩页理化结构及定量刻画

1.1 页岩页理结构特征

构成页岩的矿物颗粒粒度小、微观形貌特征和成分复杂、颗粒组构关系多样。成岩作用对岩石的改造强烈, 即使宏观特征相似的页岩其微观形貌特征千变万化。不同组分的页岩微观上颗粒排列组合关系具有差异, 致使宏观上呈现不同的结构特征(贾承造等, 2014; 马永生等, 2022)。

页岩的页理结构(层理结构)特征表现在多个

尺度: 微观上体现在矿物颗粒的取向、排列组合方式等方面, 细观上体现为薄片下的层状结构, 宏观上表现在野外露头、钻井岩心的岩石叠置结构。

不同岩相的页岩呈现出不同的页理结构, 且在宏观(野外剖面及岩心)—细观(薄片)—微观(扫描电镜)尺度上的页理结构特征并不一致。宏观上具有页理结构的页岩, 随着放大倍数的增加逐渐失去定向性。因此, 从微观尺度上分析页岩的页理结构特征最具代表性, 并且可以从机理上探究其结构的成因及表现形式。但是, 颗粒形貌特征千变万化, 排列组合方式复杂多样, 取向十分复杂, 很难定量描述其排列结构特征(姜在兴等, 2013)。因此, 研究提出一个表征页岩页理结构的参数, 量化的刻画其排列程度。

1.2 页岩页理化结构定量刻画

在前人研究的基础上, 本文考虑了孔隙排列这一因素, 改进了“定向结构熵”(SOE)的数学模型, 将颗粒粒度分形维数、颗粒及孔隙定向分形维数值作为刻画页岩颗粒定向排列的指标。为了克服页岩非均质性的影响, 应用多尺度多视域 FE-SEM 拼接及图像识别方法获取页岩颗粒微结构参数, 从而降低了实验误差。

当外界环境发生改变时, 页岩的各种要素混乱程度会发生相应的改变, “熵”值也会发生变化。在外界应力的作用下, 页岩颗粒粒度特征和排列特征的变化最为显著, 因此将“结构熵”定义为颗粒粒度熵和排列熵的函数。研究发现页岩颗粒定向排

注: 本文为国家自然科学基金资助项目(编号: 42072182)的成果。

收稿日期: 2023-12-10; 改回日期: 2024-02-05; 责任编辑: 李明。DOI: 10.16509/j.georeview.2024.s1.168

作者简介: 解馨慧, 1993 年生, 博士, 讲师, 主要从事非常油气地质评价; Email: xxh0622@hotmail.com。

列不仅与本身的取向和聚集情况相关（颗粒定向分形维数、颗粒粒径分布分形维数），还在很大程度上受孔隙的排列特征影响（孔隙定向分形维数）。因此，本文考虑了孔隙排列结构的影响，页岩“定向结构熵”视为粒度熵、颗粒排列熵及孔隙排列熵的函数，由以下公式表示：

$$SOE = 0.278D_{GO} + 0.396D_{PO} + 0.325D_{GS} \quad (1)$$

式中， D_{GO} 为颗粒排列熵（颗粒定向分形维数值）， D_{GS} 为颗粒粒度熵（粒度分形维数值）， D_{PO} 为孔隙排列熵（孔隙定向分形维数值）。 SOE 值越大，证明排列混乱程度越高，排列越杂乱无章，无明显规律，体系越不稳定；反之，则表明混乱程度越低，排列更加定向化，体系越稳定。

在岩心和野外剖面中选取不同类型页岩样品，基于上述的多尺度多视域的扫描电镜鉴定技术，结合 Image J 软件分别对长 7 页岩样品结构熵值进行计算。结果显示长 7 页岩的 SOE 值在 0.7882~0.9309 区间内分布（图 1）。

2 页岩颗粒微观力学性质

2.1 纳米压痕实验

页岩的组分影响着微观及宏观的力学性质，页岩的宏观性能由每个组成成分的力学行为及其体积分数决定。为了探究页岩组分对整体力学性质的贡献作用，研究采用纳米压痕技术精确的测定每个矿物颗粒的微观力学性质。纳米压痕实验采用了点阵式的测量方式（ 10×10 ），以更加精细准确的表征不同颗粒在的平面上力学参数的变化情况。应用 10×10 的排布方式，共 100 个测量点，每个压痕点之间的间距为 40 μm 。

2.2 矿物颗粒的微观力学性质

实验设计了五个峰值荷载（50 mN、100 mN、150 mN、200 mN、260 mN），随着峰值荷载的增加，矿物颗粒弹性模量和硬度值具有轻微的变化，但是变化规律不明显。因此，本次研究认为峰值载荷对矿物颗粒微观力学参数影响甚微。相同的峰值载荷下，矿物颗粒的弹性模量和硬度由大到小排序为：黄铁矿>石英>长石>白云石>方解石>黏土矿物>有机质。

实验测试数据显示矿物颗粒微观力学性质与矿物颗粒的种类关系密切，黄铁矿颗粒的弹性模量

（253.90~293.20 GPa）最大，其次为石英（22.84~125.43 GPa）、长石（42.00~102.11 GPa）、白云石（25.13~77.57 GPa）和方解石（11.17~113.70 GPa）等脆性矿物，黏土矿物（7.30~99.34 GPa）和有机质（0.40~4.70 GPa）的弹性模量最小。硬度值的分布规律与弹性模量相似，黄铁矿颗粒的硬度最大（30.12~39.80 GPa），其次为石英（3.10~38.80 GPa）、长石（1.50~12.52 GPa）、方解石（1.44~7.09 GPa）和白云石（0.82~12.93 GPa）等脆性矿物，黏土矿物（1.37~11.17 GPa）和有机质（0.20~1.10 GPa）的硬度最小。

3 基于微观力学性质尺度升级模型

页岩中非黏土矿物与多孔黏土基质的结构不同，可通过改变远处应变分析不同介质间的响应特征。将夹杂和基质嵌入均匀参考相中，参考相在远处所受到的应变力应视为均匀参考相的平均应变。研究基于纳米压痕实验获得的矿物微观力学参数，采用 Mori-Tanaka 方法实现微观力学参数从微米向厘米尺度升级，由点的力学性质拓展到面的力学性质，借助矿物 3 组分页岩微观力学模型，探究颗粒排列结构对力学性质的影响。

微观上，将页岩等效为矿物颗粒和基质组成的多相复合材料，并将颗粒在纳米尺度下均视为各向同性。为了进一步考虑矿物颗粒对力学参数的影响，基于矿物颗粒的微观力学参数将其划分为三类：高硬度矿物（黄铁矿）、中硬度矿物（石英、长石、白云石、方解石）和低硬度矿物（有机质和黏土）。将页岩中的低硬度矿物视为基体相，而高硬度矿物和中硬度矿物视为夹杂相。介质等效的剪切模量和体积模量计算如下（Mori, 1973）。

$$K_M = \frac{\sum f_r \frac{k_r}{3k_r + 4\mu_{low}}}{\sum \frac{f_r}{3k_r + 4\mu_{low}}} \quad (r = 0, 1, 2) \quad (2)$$

$$G_M = \frac{\sum \frac{f_r \mu_r}{\mu_{low}(9k_{low} + 8\mu_{low}) + 6\mu_r(k_{low} + 2\mu_{low})}}{\sum \frac{f_r}{\mu_{low}(9k_{low} + 8\mu_{low}) + 6\mu_r(k_{low} + 2\mu_{low})}} \quad (r = 0, 1, 2) \quad (3)$$

$$k_r = \frac{E_r}{3(1-2\nu_r)} \quad (4)$$

$$\mu_r = \frac{E_r}{2(1+2\nu_r)} \quad (5)$$

式中， $r=0$ 代表高硬度矿物； $r=1$ 代表中硬度矿物； $r=2$ 代表低硬度矿物。高硬度矿物和中硬度矿

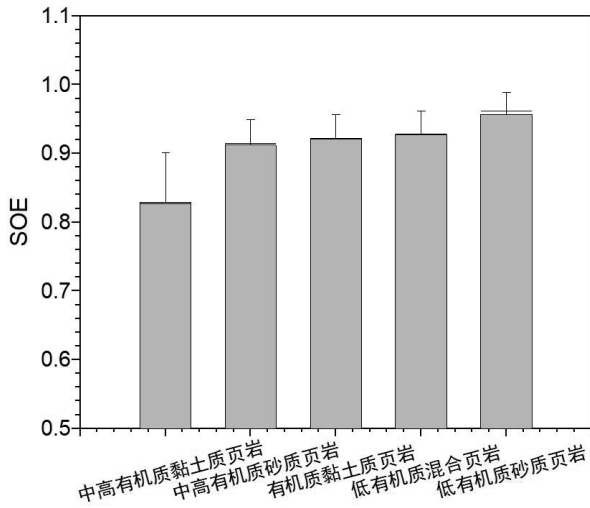


图 1 长 7 页岩样品定向结构熵值条形图

物的力学参数源于纳米压痕测试的结果，而低硬度矿物中含有大量的孔隙和微裂缝，则需要在纳米压痕实验的结果上对其进行校正，具体见如下公式：

$$k_{low} = \frac{4(1-\phi)k_s\mu_s}{4\mu_s + 3\phi k_s} \quad (6)$$

$$\mu_{low} = \frac{(1-\phi)\mu_s}{1 + 6\phi \frac{k_s + 2\mu_s}{9k_s + 8\mu_s}} \quad (7)$$

厘米尺度下的等效弹性模量如下：

$$E_{HOM} = \frac{9K_M G_M}{3K_M + G_M} \quad (8)$$

通过点阵式的纳米压痕测试方式，分别测量了 6 块岩样的微观岩石力学参数，每个样品测量压痕点 100 个（10×10），压痕数值作为尺度升级的数据计算页岩平面的弹性模量。此外，研究还测量了配套的 XRD 全岩衍射数据，用于获取矿物成分的百分数。将平面等效弹性模量与三轴力学实验测试（RLW-2000M）的结果进行比较，发现两者具有良好的相关性，但尺度升级计算的数据要略高于三轴力学实验测试的结果（Xie Xinhui et al., 2024）（图 2）。

4 页岩页理结构对力学性质的影响

为了进一步探究颗粒定向排列结构对页岩力学性质的影响，研究选取 6 块垂直层理面方向标准岩心样品，分别进行了 XRD 全岩衍射实验测试、FE-SEM 测试以及纳米压痕测试。通过全尺度 FE-SEM 照片拼接及 Image J 图像识别技术计算了

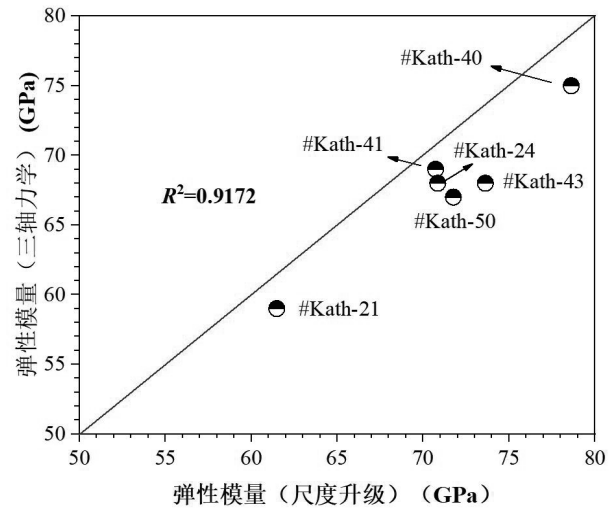


图 2 尺度升级弹性模量与三轴力学弹性模量散点图

样品的 SOE 值，并且借助 Mori-Tanaka 尺度升级模型计算了岩样的平面等效力学参数。纳米压痕实验测得的微观力学参数可视为单个矿物的性质，并不能代表页岩整体平面的力学性质，因此要对矿物颗粒的微观力学性质进行尺度升级计算，获得同个 FE-SEM 视域下页岩颗粒 SOE 值和岩石力学参数值，分析不同颗粒排列结构下其力学参数的变化。

研究结果显示页岩页理结构与力学性质呈现一定相关性，SOE 值越小，弹性模量越小（ $R^2=0.5975$ ）。即颗粒排列有序性越好（SOE 值越低），岩石在外界应力下越容易发生形变。当颗粒定向排列程度高时，颗粒间面—面接触概率增加，面与面的接触结构常伴有微裂缝发育，在外界应力的作用下接触面处容易产生滑移现象，因此，两个参数之间具有较好的相关性。

宏观上，页岩定向结构表现为层理或者页理结构，导致层与层之间存在着力学的薄弱面，在外界应力的作用下，层理或页理发育的岩石更易发生形变和破裂。研究从微观机理上分析页岩微观力学性质与排列结构的耦合关系，结果发现两者的关联性与宏观一致。

5 结论

（1）在前人研究经验的基础上，综合考虑页岩颗粒和孔隙结构变化特征，借鉴熵的概念，改进了“定向熵”的概念，将颗粒粒度分形维数、颗粒和孔隙定向分形维数的平均值作为刻画页岩页理

化程度的指标。

(2) 基于大数据统计定量化的表征了长 7 段页岩页理结构特征。结果显示其 *SOE* 值在 0.7882~0.9309 区间内分布。

(3) 借助纳米压痕实验测量了页岩矿物颗粒的微观力学性质, 并采用 Mori-Tanaka 模型的方法实现微观力学参数尺度升级, 分析同一视域下页岩定向结构与弹性模量的联系, 结果发现页岩页理结构越好, 岩石的弹性模量越低 ($R^2=0.5975$)

参 考 文 献 / References

- 姜在兴, 梁超, 吴靖, 张建国, 张文昭, 王永诗, 刘惠民, 陈祥. 2013. 含油气细粒沉积岩研究的几个问题. 石油学报, 34 (6): 1031~1039.
- 贾承造, 郑民, 张永峰. 2014. 非常规油气地质学重要理论问题. 石油学报, 35 (1): 1~10.
- 马永生, 蔡勋育, 赵培荣, 胡宗全, 刘惠民, 高波, 王伟庆, 李志明, 张子麟. 2022. 中国陆相页岩油地质特征与勘探实践. 地质学报, 96(1):

155~171.

Mori T, Tanaka K. 1973. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions[. Acta Metallurgica, 42(7): 597~629.

Xie Xinhui, Deng Hucheng, Hu Lanxiao, Li Yong, Mao Jinxin, Liu Jiajie. 2024. Assessing the effect of oriented structure characteristics of laminated shale on its mechanical behaviour with the aid of nano-indentation and FE-SEM techniques. International Journal of Rock Mechanics and Miningsciences, 173: 105625.

XIE Xinhui, DENG Hucheng, HU Lanxiao, HE Jianhua, LI Ruixue, MAO Jinxin, LI Baiyang: Investigation of the influence of shale bedding structure on its micro-macro mechanical behavior using nanoindentation and FE-SEM technology.

Keywords: nano-indentation; FE-SEM technology; shale bedding structure; mechanical properties