

# 龙马溪组页岩表面孔隙结构与细观力学特性研究

王奇生<sup>1,2</sup>, 王天宇<sup>1\*</sup>, 钟朋峻<sup>1</sup>, 张潘潘<sup>1</sup>, 盛茂<sup>1</sup>, 田守增<sup>1,3</sup>

1 中国石油大学(北京)油气资源与探测国家重点实验室, 北京 102249

2 北京市燃气集团有限责任公司第三分公司, 北京 101101

3 中国石油大学(北京)克拉玛依校区, 克拉玛依 834000

\* 通信作者, wangty@cup.edu.cn

收稿日期: 2022-04-01

国际(地区)合作与交流项目“超临界二氧化碳流体与岩石作用的微观力学表征及复杂缝网形成机制”(41961144026)资助

**摘要** 页岩微观孔隙结构和细观力学特征表征对页岩气储量评价和压裂方案设计具有重要意义。采用纳米压痕点矩阵技术对龙马溪组页岩杨氏模量和硬度等力学参数进行测量,应用扫描电子显微镜和能量色散技术分析页岩孔隙特征,分析压痕形貌表面矿物,建立矿物组分—纳米压痕形貌—位移载荷曲线之间的关联,并采用有限元模拟孔隙/裂缝结构对纳米压痕的影响,提出基于位移—载荷曲线评价页岩孔隙度的方法,采用Mori-Tanaka和稀疏法对纳米压痕结果进行升格计算。主要结论如下:厘清了位移—载荷曲线突进特征与水平孔隙、混合孔隙和垂直孔隙的关联,发育水平孔隙处的岩石弹性模量较小,提出一种基于位移载荷曲线评价页岩孔隙度的方法,计算结果接近其宏观孔隙度2.64%。龙马溪组页岩细观力学性质非均质性强,杨氏模量范围为22.5~51 GPa,平均为41 GPa,硬度为0.53~2.25 GPa,平均为1.30 GPa。稀疏法的升格计算数值更接近于页岩单轴压缩数值。研究结果有望精细表征页岩孔隙结构与细观力学特征,为页岩压裂设计提供基础理论与科学依据。

**关键词** 页岩; 岩石力学; 纳米压痕; 孔隙结构; 有限元模拟

## Study of the surface pore structure and micromechanical properties of the Longmaxi shale

WANG Qisheng<sup>1,2</sup>, WANG Tianyu<sup>1</sup>, ZHONG Pengjun<sup>1</sup>, ZHANG Panpan<sup>1</sup>, SHENG Mao<sup>1</sup>, TIAN Shouceng<sup>1,3</sup>

1 State Key Laboratory of Petroleum Resources and Prospecting, China University of Petroleum-Beijing, Beijing 102249, China

2 Beijing Gas Group Company Limited of the third office, Beijing 101101, China

3 China University of Petroleum-Beijing at Karamay, Karamay 834000, China

**Abstract** The characterization of shale micropore structure and micromechanical properties is of great significance to shale gas reserve evaluation and fracturing plan design. The mechanical properties such as Young's modulus and hardness of the Longmaxi shale were tested by dot matrix nanoindentation measurements. The characterization of pore structure and the minerals of the indentation were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). We established the correlation between mineral composition-nanoindentation topology and the displacement load curve. The influence of

引用格式: 王奇生, 王天宇, 钟朋峻, 张潘潘, 盛茂, 田守增. 龙马溪组页岩表面孔隙结构与细观力学特性研究. 石油科学通报, 2023, 05: 626-636

WANG Qisheng, WANG Tianyu, ZHONG Pengjun, ZHANG Panpan, SHENG Mao, TIAN Shouceng. Study of the surface pore structure and micromechanical properties of the Longmaxi shale. Petroleum Science Bulletin, 2023, 05: 626-636. doi: 10.3969/j.issn.2096-1693.2023.05.059

pore/fracture on nanoindentation was studied by finite element analysis. A method for evaluating shale porosity based on the displacement-load curve is proposed. Mori-Tanaka and dilute methods are used to upscale the results of nanoindentation. The main conclusions are as follows: The relationship between the pop-in characteristics of the displacement-load curve and the horizontal pores, mixed pores and vertical pores is clarified, and the elastic modulus of the rock where the horizontal pores are developed is small. A method for evaluating shale porosity based on the displacement load curve is proposed, and the calculation result is close to its macroscopic porosity of 2.64%. The Longmaxi shale has strong heterogeneity in its micromechanical properties, with Young's modulus ranging from 22.5 to 51 GPa, with an average of 41 GPa, and hardness ranging from 0.53 GPa to 2.25 GPa, with an average of 1.30 GPa. The upscaled calculation value of the dilute method is closer to the uniaxial compression value of shale. The research results are expected to accurately characterize the pore structure and micromechanical characteristics of shale and provide basic theory and scientific basis for shale fracturing design.

**Keywords** shale; rock mechanics; nanoindentation; pore structure; finite element simulates

**doi:** 10.3969/j.issn.2096-1693.2023.05.059

## 0 引言

随着水平井多级压裂技术的发展,页岩气的勘探和开发取得了巨大的商业成功,深刻的改变了世界能源格局<sup>[1]</sup>。2020年,我国页岩气新增探明地质储量为1918亿m<sup>3</sup>,页岩气产量超200亿m<sup>3</sup>,同比增长32.6%,3500m以浅页岩气勘探开发配套技术系列基本成熟,水平井钻完井、压裂等关键工艺、技术及装备基本实现本土化<sup>[2]</sup>。四川盆地深层页岩气勘探开发取得新突破,进一步夯实页岩气增储上产的资源基础。页岩的孔隙特征、弹性模量和硬度等参数对研究页岩气富集模式和压裂施工都具有工程指导意义。页岩储层取心难,费用高,传统的单轴或三轴压缩实验等宏观力学测试对试样尺寸和完整性都有较高要求,而页岩弱层理面和天然裂缝发育,造成测试结果离散型大,数据可解释性差,工程价值有限。此外,传统力学压缩测试属于破坏性测试,可重复性差,降低了岩心的利用价值。而页岩气的赋存机制和页岩孔隙特征与细观力学性质密切相关<sup>[3]</sup>。因此,研究页岩的孔隙特征和细观力学性质对于页岩气的开发具有重要的工程指导意义。

近年来,电子扫描显微镜(SEM)、聚焦离子束(FIB)、CT扫描、原子力显微镜(AFM)和纳米压痕技术在表征页岩微观特征中获得了大量应用。微观测试具有无损、分辨率高和可重复性强的优势,可以利用岩心边角料进行重复实验,提高岩心利用率。王晓蕾等<sup>[4]</sup>提出使用拉曼光谱检测页岩成熟度、SEM定位靶点、AFM和纳米压痕测试的有机质力学表征流程,并强调多技术投入与技术创新。Cheng等<sup>[5]</sup>利用FIB打孔定位页岩层理,将层理面分为细密层、过渡层和粗粒层,应用纳米压痕技术分析不同层理特性。Goral等<sup>[6]</sup>使用FIB技术挖孔并逐层拍摄页岩电镜图片生成

三维模型,并3D打印纳米级模型。Tian等<sup>[7]</sup>应用纳米CT技术还原页岩孔隙结构,并用AFM研究了页岩有机质和粘土的黏附力。孟筠青等<sup>[8]</sup>采用分子动力学模型模拟煤岩纳米压痕过程。时贤等<sup>[9]</sup>应用纳米压痕技术研究了页岩水平层理和垂直层理的力学特性,并用Mori-Tanaka方法实现升格。贾锁刚等<sup>[10]</sup>将页岩纳米压痕数据分为石英、碳酸钙矿物和粘土基质3类。刘修刚等<sup>[11]</sup>对比露头页岩微观和宏观力学特性,并给出了宏观和微观模量在不同围压下的转换公式。Luo等<sup>[12]</sup>提出纳米压痕研究4个阶段,即单点纳米压痕、纳米压痕点矩阵、大数据纳米压痕和人工智能纳米压痕阶段。目前研究成果大多集中在微纳米尺度下页岩弹性模量和硬度的计算,并应用统计学方法对力学参数进行计算,而通过位移—载荷曲线研究研究孔隙度的报道较少,因此,本文在纳米压痕总体分析的基础上,深挖单点纳米压痕的信息,创新性的提出了一种基于纳米压痕位移—载荷曲线评价页岩孔隙度的方法。

本文选取四川龙马溪组页岩为研究对象,使用SEM和纳米压痕技术,得到页岩表面孔隙结构、模量和硬度等数据,在结合能量色散光谱(EDS)测试确定细观矿物力学特性。通过克里金插值的方法,表现页岩力学性质的非均质性。讨论位移—载荷曲线突进现象与天然孔隙/裂缝的关系,提出一种基于纳米压痕位移—载荷曲线评价页岩孔隙度的方法,其计算结果接近页岩宏观孔隙度。实验结果将有助于研究龙马溪组页岩细观表征,提高纳米压痕研究的应用范围。

## 1 实验方法

### 1.1 样品描述

本文实验材料取自四川盆地志留系龙马溪组露头页岩<sup>[13]</sup>。平均有机碳含量(TOC)为3.2%,X射线衍

表 1 龙马溪组页岩矿物组分表

Table 1 Mineral compositions of the Longmaxi shale

矿物种类	质量分数/%
石英	25.6
方解石	35.1
白云石	13.2
粘土	15.0
长石	5.9
黄铁矿	5.2
总共	100

射(XRD)测得矿物组分见表1。首先,将实验样品加工为10 mm×5 mm×3 mm上下表面平行的小块;其次,纳米压痕实验对样品表面粗糙度敏感,为保证结果的可靠性,需要对样品进行氩离子束抛光处理;最后,对试样进行超声波清洗以去除污垢,将试样放入包装盒内妥善保存。用于单轴压缩的页岩样品为直径25 mm高50 mm圆柱形页岩岩心。电子扫描显微镜型号为蔡司GeminiSEM 300。

## 1.2 纳米压痕基本原理

目前,纳米压痕测量仪的测试原理大多是基于Oliver-Pharr方法<sup>[4]</sup>。该方法是由Oliver和Pharr依据不同压头的几何形状与被测材料弹性平面之间的压入关系而改良的一种方法,首先通过加载过程及卸载过程中压头载荷和压入深度的对应关系,得到相应的位移—载荷曲线;然后通过上述位移—载荷曲线转化为被测材料的弹性模量和硬度;典型的位移—载荷曲线如图1所示。

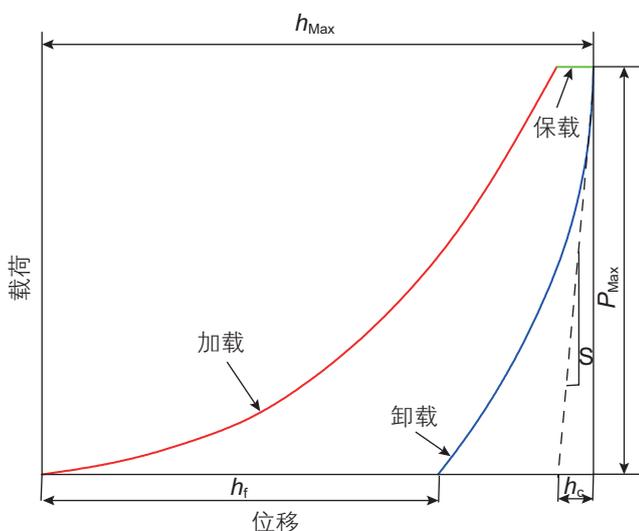


图 1 纳米压痕典型的位移—载荷曲线

Fig. 1 Typical indentation displacement-load curve

纳米压痕压头压入材料和卸载后的示意图如图2所示,图中 $h_{Max}$ :最大压入深度, nm;  $h_c$ :最大接触深度, nm;  $h_s$ :压头与被测样品接触周边材料表面的位移量, nm;  $h_f$ :塑性深度, nm;  $a$ :压头接触半径, nm;  $\alpha$ :压头顶角半角角度, °。

纳米压痕实验中所用的力学设备为美国安捷伦Nano Indenter G200。Nano Indenter G200力学测试仪的连续刚度测试技术可实现弹性接触刚度的动态测量,进而可以在压头单次压入的过程中,得到弹性模量和硬度随压入深度连续动态变化的过程。本实验纳米压头以10 nm/s的速度接近样品,最大压入深度为3000 nm。在页岩平整区域设定5×5的纳米压痕矩阵,并在矩阵周围选取裂缝和黄铁矿区域定点纳米压痕,研究页岩细观力学性质和裂缝孔隙对纳米压痕实验的影响。

根据Oliver-Pharr方法,计算弹性模量和硬度的过程如下:

### (1) 弹性模量的计算

被测材料的弹性模量由下式计算得到:

$$\frac{1}{E_M} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (1)$$

式中, $\nu$ 为被测材料的泊松比,无量纲; $E$ 为被测材料的弹性模量, Pa;  $\nu_i$ 为压头泊松比,无量纲; $E_i$ 为压头弹性模量, Pa;  $E_M$ 为压痕模量, Pa。

### (2) 压痕模量 $E_M$ 的确定

压痕模量可通过载荷—位移曲线获得:

$$E_M = \frac{dP}{dh} \frac{1}{2\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} \quad (2)$$

式中, $A$ 表示压头前部尖端与被测样品表面接触的投影面积,  $m^2$ ;  $\frac{dP}{dh}$ 是弹性接触刚度;  $\beta$ 与压头的几何形状有关,对于玻克维奇压头,  $\beta=1.304$ 。

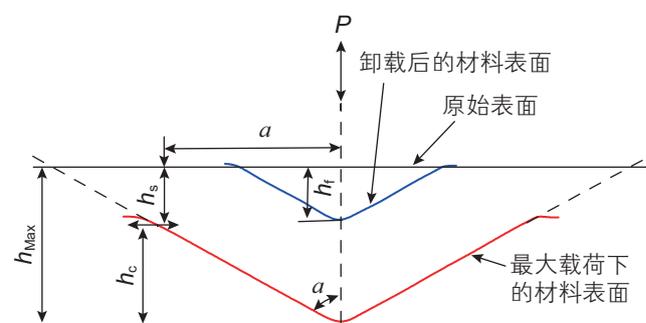


图 2 压头压入材料和卸载后的参数示意图

Fig. 2 Schematic diagram of the parameters in unloading process

(3) 材料硬度的计算

$$H = \frac{P_x}{A} \quad (3)$$

式中,  $P_x$  为最大载荷, N;  $H$  为材料硬度, Pa;  $A$  为投影接触面积,  $m^2$ 。

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 孔隙结构

Xu等提出了一种龙马溪组页岩孔隙特征分类模型<sup>[15]</sup>, 电镜下的龙马溪组页岩孔隙结构可以分为以下4类: 有机质孔、粒内孔、粒间孔和微裂缝。本文按照孔隙构造特征, 将龙马溪组页岩表面孔隙分为有机质水平孔、粒内垂直孔、粒间混合孔(缝)、粘土水平缝, 如图3所示。

(1) 有机质水平孔

龙马溪组海相页岩发育大量有机质孔隙, 孔隙形

态以球形、椭球形和缝状为主, 微观非均质性强, 孔隙直径在几纳米到几百纳米之间, 孔隙边缘相对光滑。丰富的有机质孔隙具有巨大的比表面积, 为页岩气提供了大量的吸附和存储空间。此外, 有机质孔隙构成的连通性网络, 为页岩气的运移提供了微观渗流通道。因有机质内孔隙发育联通性强, 可将有机质孔隙抽象为水平孔, 即孔隙平面长度大于垂向长度。

(2) 粒内垂直孔

页岩中石英等骨架矿物含量较高, 这些骨架矿物既可作为孔隙支撑物, 也可作为孔隙起源物。粒内孔主要为石英、长石、方解石等矿物溶蚀形成的纳米级孔, 溶蚀孔的发育往往与生烃过程有关。不同矿物具有不同的溶蚀孔隙形态特征, 如椭球形、新月形、不规则形等。溶蚀孔洞间的连通性一般较差, 但溶蚀作用较强时, 溶蚀孔洞也会连接其他孔洞成为页岩气渗流通道。此外, 粒间孔中还含有一定量的纳米级黄铁矿莓状晶间孔。莓状体黄铁矿形成于缺氧沉积环境,

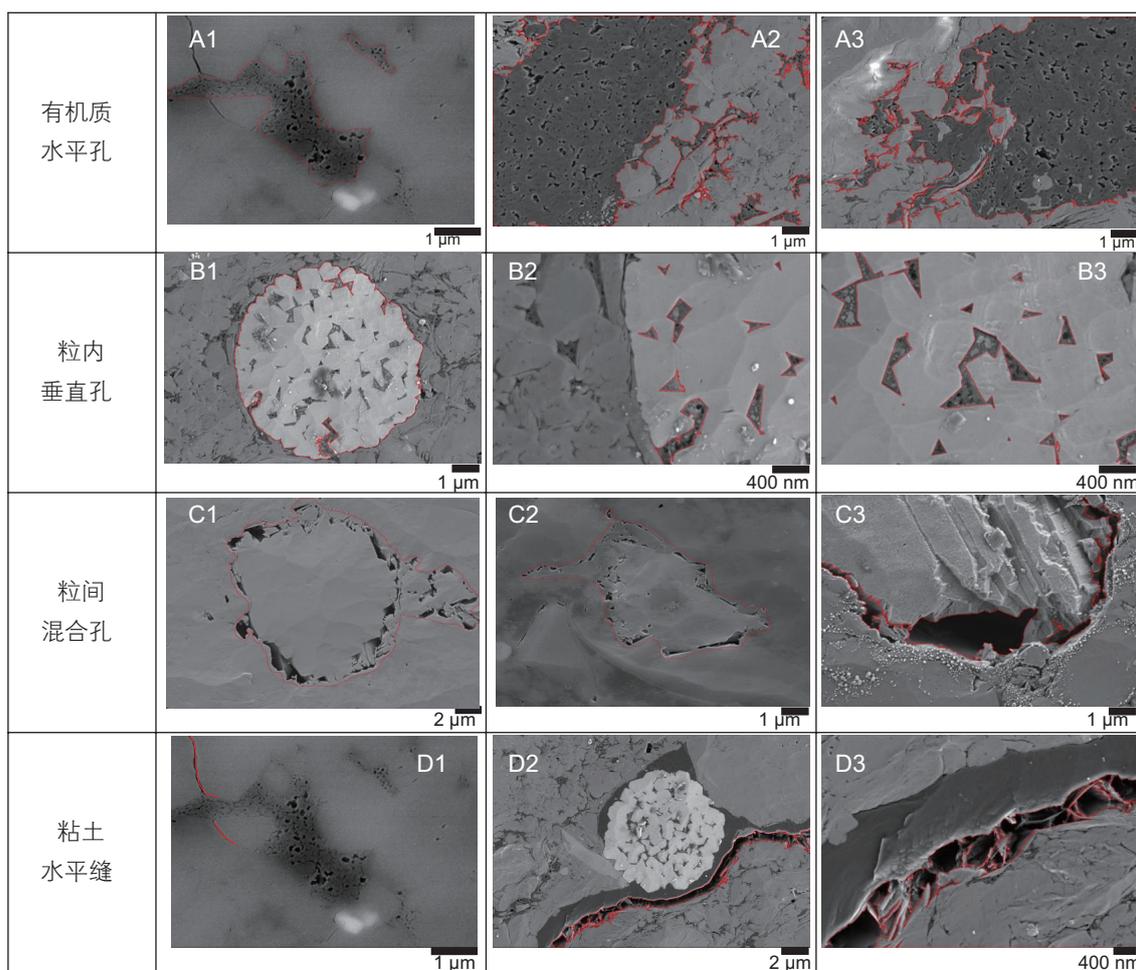


图3 龙马溪组页岩电镜图片 (A1-A3: 有机质水平孔; B1-B3: 粒内垂直孔; C1-C3: 粒间混合孔; D1-D3: 粘土水平缝)

Fig. 3 SEM images of the Longmaxi shale (A1-A3: Horizon organic pores; B1-B3: Vertical intra-pores; C1-C3: Mix inter-pores; D1-D3: Horizon clay fractures)

通常直径为几微米,由许多小黄铁矿晶体组成。晶间孔多不规则,连通性差。一些大孔隙被有机质充填,有机质中形成有机质孔,其他页岩中也可以观察到。显然,黄铁矿晶间孔其垂向距离要远大于平面距离,又因为是同一种晶体,受挤压程度相似,所以,可将黄铁矿内的孔隙抽象为垂直孔。

### (3) 粒间混合孔(缝)

由于矿物颗粒形态的不规则,矿物颗粒在沉积和压实过程中与周围矿物颗粒相互作用便在矿物颗粒之间形成了粒间孔。粒间孔主要为石英、长石、方解石、黄铁矿等矿物颗粒相互支撑而形成的。其孔隙形态多呈三角形、楔形或者是由多个粒间孔联通而形成的折线形孔隙分布于矿物颗粒边缘。粒间孔隙网络连通性好,是有效孔隙度的主要构成部分。粒间孔由不同矿物颗粒支撑而成,情况复杂,混有水平孔和垂直孔。

### (4) 粘土水平缝

微裂缝多发育于粘土和矿物颗粒之间,粘土矿物在成岩作用过程中脱水形成微裂缝,宽度在几百纳米之间,部分裂缝内存在胶结结构。粘土中的微裂缝其平面长度远大于垂向长度,故称粘土水平缝。

使用ImageJ软件对电镜图像二值化处理,计算页岩面孔率,如图4所示。干酪根内部孔隙大量发育,面孔率为8.30%,部分黄铁矿的粒内孔隙包含有机质

孔隙,其有机质面孔率为0.41%;黄铁矿的面孔率为5.17%,涂白部分为杂质,涂抹以去除杂质的影响;粒间混合孔的面孔率为5.38%,和孔隙发育的黄铁矿相当;选取一段带有结构的粘土水平缝进行分析,其面孔率为29.14%。

本文龙马溪组页岩样品宏观平均孔隙度通过氮气气体孔隙度测量仪测试,结果为2.51%,扫描电镜下的龙马溪组页岩微观面孔率依据孔隙分类的不同在0.41%~8.30%之间。

页岩宏观上非常致密,但在微米尺度下,仍存在许多微纳米的孔隙结构,如图5A所示;在微米尺度的测试中,由于页岩极强的矿物非均质性,纳米压痕点极易容易打在不同矿物上(图5B),造成数据的离散。我们将SEM、EDS与纳米压痕技术相结合,将纳米压痕数据按照矿物强度分类:高强度矿物(石英类)、中强度矿物(碳酸盐类)和低强度矿物(粘土和有机质等)。

## 2.2 纳米压痕

### 2.2.1 位移载荷曲线

位移—载荷曲线是进行纳米压痕实验数据分析的重要基础。通常,以卸载阶段的位移—载荷曲线计算接触刚度,进而计算压痕模量或弹性模量。龙马溪组

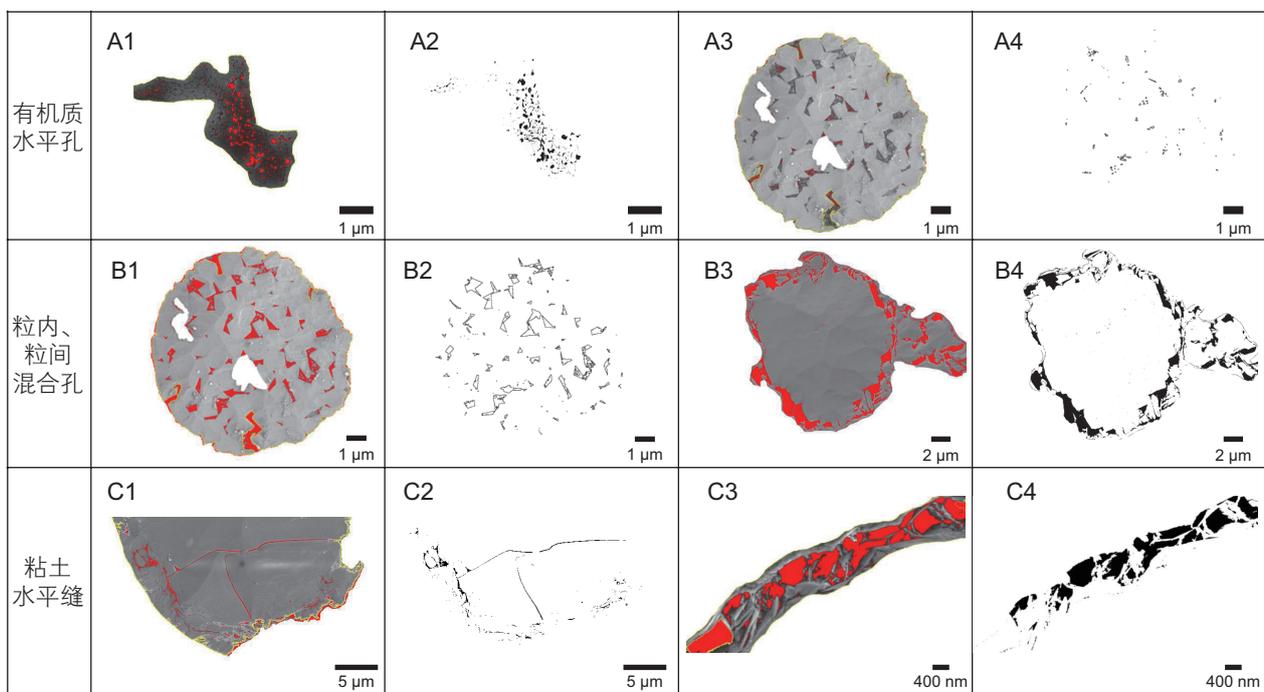


图4 ImageJ处理后的页岩电镜图片(A1-A4:有机质水平孔;B1-B2:粒内垂直孔;B3-B4:粒间混合孔;C1-C4:粘土水平缝)  
Fig. 4 SEM images of the Longmaxi shale after ImageJ process (A1-A4: Horizon organic pores; B1-B2: Vertical intra-pores; B3-B4: Mix inter-pores; C1-C4: Horizon clay fractures)

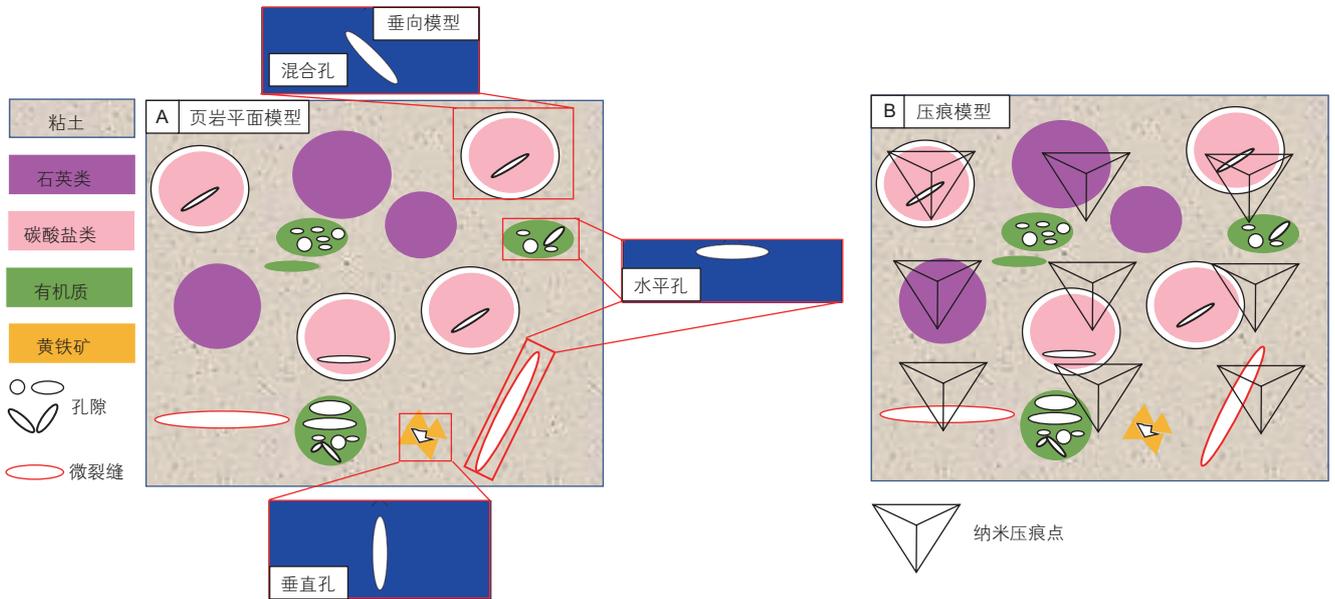


图 5 A. 页岩平面物理图形与孔隙垂向模型；B. 纳米压痕点阵平面模型

Fig. 5 A. Physical model of shale plane and vertical model of pore; B. Model of nanoindentation matrix

页岩纳米压痕测试的位移—载荷曲线如图 6A 所示，位移—载荷曲线体现了纳米压痕实验中的加载—保载—卸载过程，不同测点的载荷—位移曲线具有相似的形状，但因测点位置选取的不同而具有一定的差异，表明页岩的微米力学性质具有一定的非均质性和各向异性。位移—杨氏模量曲线如图 6B 所示，压入深度在 2000~3000 nm 范围内，杨氏模量的数值逐渐趋于稳定，取 2000~2900 nm 深度范围内的杨氏模量和硬度平均值作为页岩纳米压痕的测试结果。杨氏模量和硬度之间有正相关性。

### 2.2.2 力学参数测试结果

龙马溪组页岩纳米压痕点矩阵测试的弹性模量和硬度统计结果如图 7 所示，在选区的纳米压痕矩阵上，页岩的微观力学性质分布较分散，杨氏模量在 30~51 GPa 之间，平均杨氏模量为 41 GPa；硬度分布在 0.71~2.25 GPa 之间，平均硬度为 1.30 GPa。由于纳米压痕实验中有效避免了孔隙、裂隙等缺陷对页岩力学性质的影响，因而与单轴压缩实验弹性模量相比，纳米压痕测试的弹性模量更大，平均弹性模量相差 92.0%~145.5%<sup>[11]</sup>。

### 2.2.3 力学性质分布特点

为进一步揭示页岩的微观力学性质的非均质性，对页岩的纳米压痕点矩阵微观力学性质进行克里金插值，以直观的反映页岩的微观力学分布特征。如图 8 所示，可以发现页岩的微观力学性质非均质性很强，分布图中的杨氏模量和硬度具有相同的变化趋势(图

8C 和图 8D)。

结合电镜图片 8A 和能量色散图 8B，确定压痕点处的矿物，整理了各矿物纳米压痕特征于图 9。从电镜图分析，粘土矿物和黄铁矿压痕点表面不平整，而石英类和碳酸盐类矿物压痕点表面平整；从位移—载荷曲线分析，粘土矿物和黄铁矿在加载阶段有不同程度的突进现象，而石英类和碳酸盐类矿物在整个阶段曲线都较平滑；从力学性质分析，粘土矿物呈现低弹性模量和硬度，石英、方解石和黄铁矿呈现高弹性模量和硬度。黄铁矿和石英类力学性质的相似有如下解释，从图 9 得，当压头位移在 1000 nm 附近时，曲线出现突进，表示压头突破了黄铁矿层，在 2000~2900 nm 测得的力学性质表现为黄铁矿基底。

### 2.2.4 基于位移—载荷曲线的页岩孔隙度评价

从位移—载荷卸载曲线获取力学性质的研究较多，而从位移—载荷加载曲线获取孔隙信息的研究较少。加载曲线的“突进”指位移—载荷曲线斜率在加载阶段接近零的现象，“突进”处的位移—载荷曲线斜率小于等于某一阈值。阈值设定流程如下：首先，通过 SEM 和 EDS 筛选在无孔隙脆性矿物区域的纳米压痕点；其次，对上述纳米压痕点导出 500 nm(加载阶段位移的 10%~20%，保持一致即可，可比性强，为去除初始加载的波动性对计算结果的影响)—加载阶段结束对应的位移阶段的位移—载荷曲线；最后，计算该阶段位移—载荷曲线斜率的最小值，该值乘 0.8 作为“突进”判定与实验结果吻合好。阈值设定为 0.02

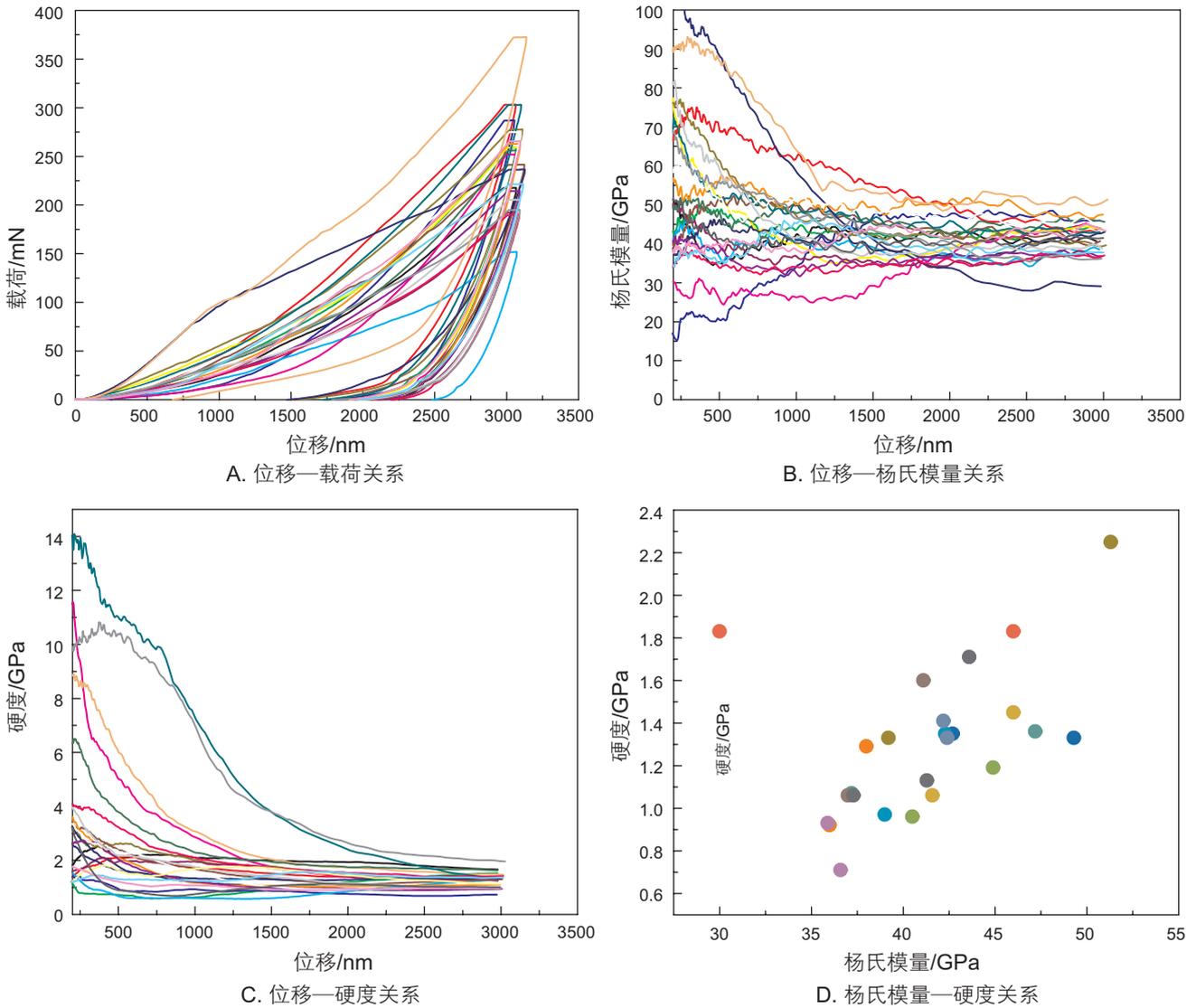


图 6 龙马溪组页岩力学性质测试

Fig. 6 Test of mechanical properties of shale in Longmaxi Formation

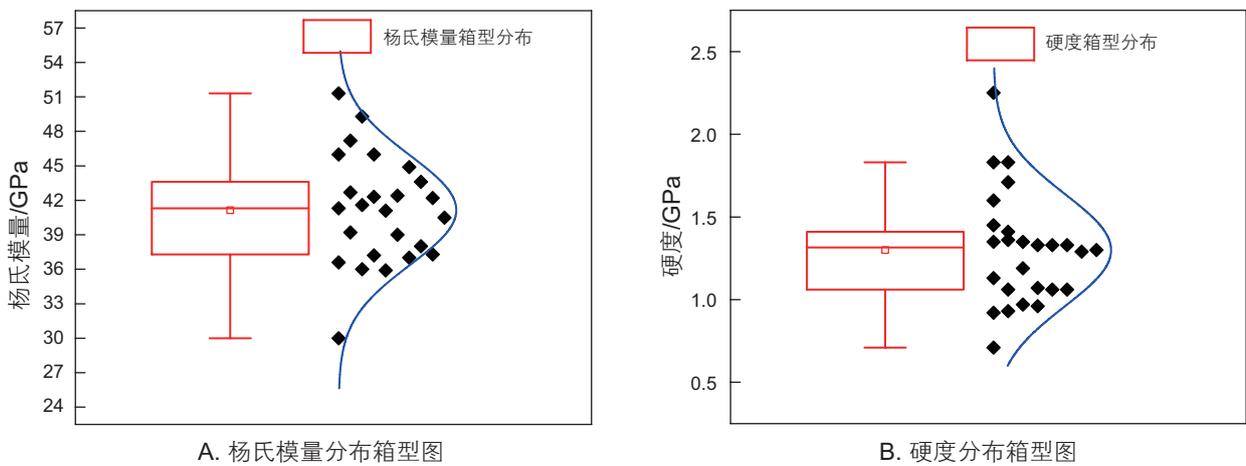


图 7 龙马溪组页岩力学性质箱型图(黑色标记为数据点;蓝色曲线为数据高斯拟合曲线)

Fig. 7 Box diagram of mechanical properties of shale in Longmaxi Formation(Black marks are data points; Blue curve is data Gaussian fitting curve)

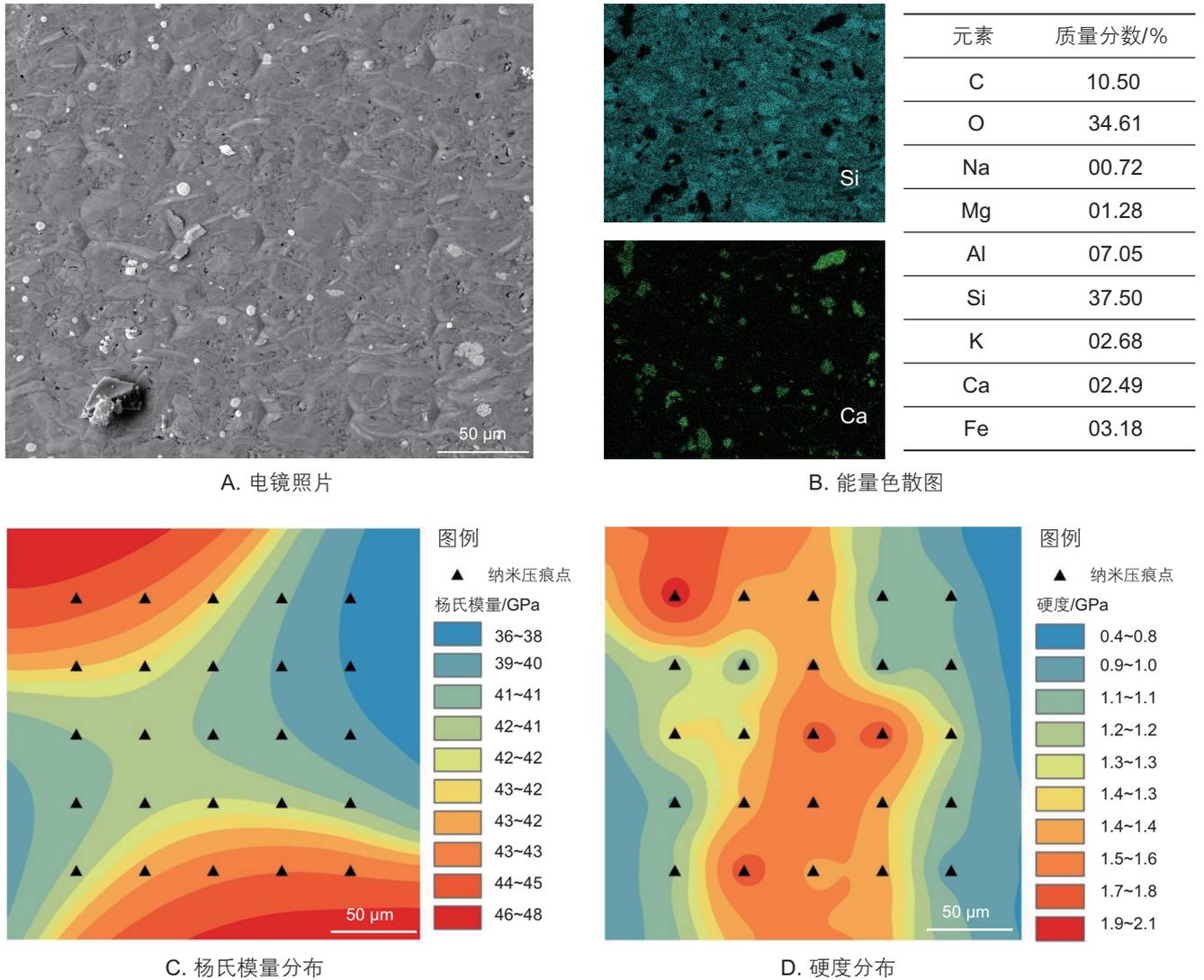


图8 页岩纳米压痕区域力学特征

Fig. 8 Mechanical characteristics of shale nanoindentation region

适用于龙马溪组露头页岩，对于砾岩、砂岩等需要重新寻找合适的阈值。位移—载荷曲线的突进特征有多达 11 种解释，如蠕变、微裂缝和孔隙影响等。依据图 5A 中的页岩孔隙特征，将纳米压痕点按照无孔隙、水平孔隙、混合孔隙和垂直孔隙进行分类，见图 9。

图 9 中，导数曲线的前 500 nm 和 3000 nm 之后较振荡，不予考虑；有限元模拟中，基质模型的杨氏模量设定为 40 GPa，泊松比为 0.2，纳米压头为刚体，孔隙为自接触模式，不考虑裂缝扩展，提取压头前端（划叉节点）数据绘制位移—载荷曲线。

从图 9 中得，当位移—载荷曲线斜率小于等于 0.02 时，可以判定此处得页岩纳米压痕点存在孔隙，有限元模拟中也取得了类似结果，并且压头压实的孔隙体积越大，孔隙角度越小，突进特征越明显，突进

特征可以在一定程度上反映出样品表面的孔隙特征。且发育水平孔隙处的岩石弹性模量较小。

由此，本文提出一种基于位移—载荷曲线的页岩孔隙度评价方法。基于位移—载荷曲线的页岩孔隙度评价计算公式为：

$$P = \frac{\sum K}{\sum J} \times 100\% \quad (4)$$

式中， $P$  为孔隙度评价指标，%； $\sum K$  为位移—载荷曲线加载阶段斜率小于等于阈值的数据个数之和，无因次； $\sum J$  为位移—载荷曲线加载阶段的数据个数之和； $\sum K / \sum J$  为单点孔隙度评价指标，无因次； $N$  为压痕点个数，无因次；这里的加载阶段位移范围一般为 500 nm 至加载阶段结束对应的位移。

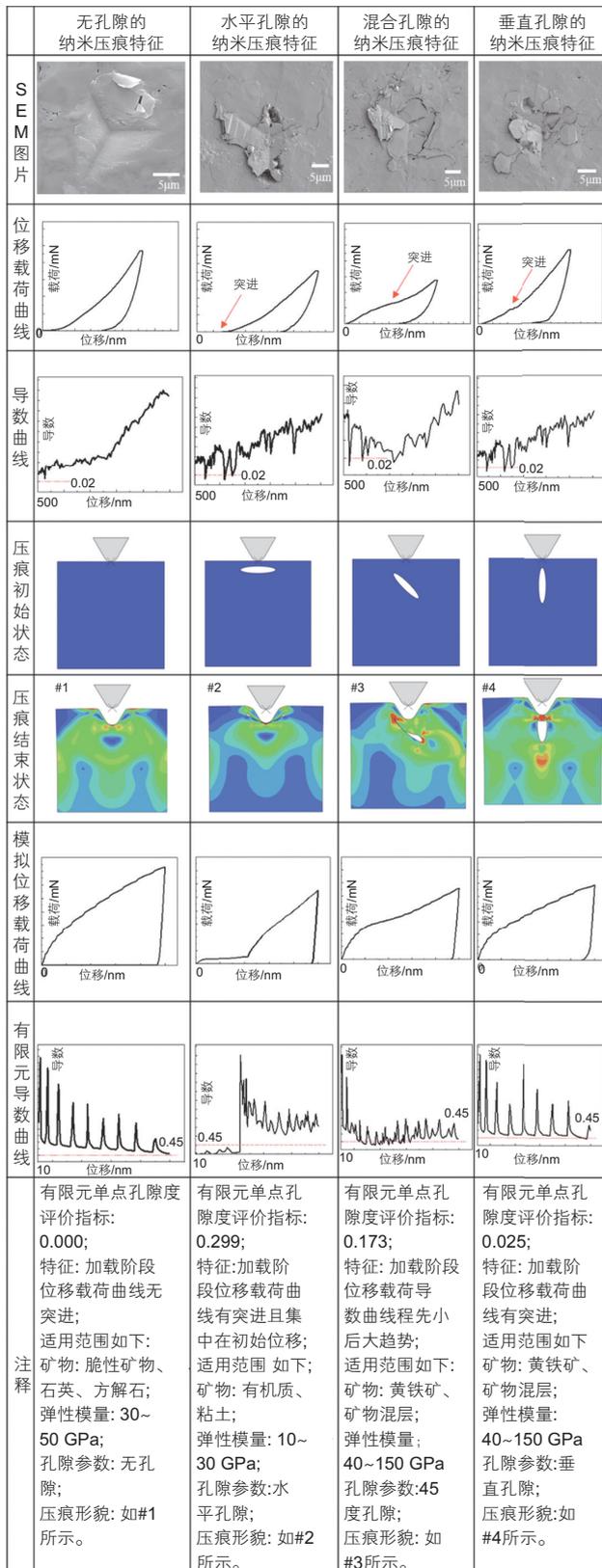


图9 依孔隙分类的纳米压痕点SEM图片、位移—载荷曲线和有限元模拟图

Fig. 9 SEM images, displacement-load curves and finite element simulations of nanoindentation points classified by pore structure

孔隙度评价指标与宏观孔隙度的计算公式为：

$$P = kP_m \tag{5}$$

式中， $P_m$ 为宏观孔隙度，%； $k$ 为转换系数，无因次。

本文纳米压痕点矩阵的单点孔隙度评价指标见表2，其中 $N$ 值取25， $P$ 值由公式(4)求得，横向和纵向 $N$ 均等于5。纳米压痕点矩阵的横向和纵向 $P$ 值分别出现了绝对零值，说明只沿单一方向的纳米压痕点进行计算与该方法适用性差，而选取纳米压痕点方阵进行计算与该方法适应性好。以纳米压痕点矩阵左上角作为方阵起点进行 $N$ 值敏感度分析，发现 $N$ 值取25时计算结果较好，此时页岩孔隙度评价计算结果为2.64%，接近其宏观孔隙度2.51%。此外，王鹏威<sup>[6]</sup>等人对龙马溪页岩孔隙度的测量结果在1.18%~5.08%之间，说明基于此方法的页岩孔隙度评价有参考价值。该方法结果具有可比性，作为附带分析，节约经济成本和时间成本。

但该方法存在以下局限性：(1)阈值和 $N$ 值的选取

表2 纳米压痕点矩阵单点孔隙度评价指标汇总  
Table 2 Summary of nanoindentation point matrix Single point porosity evaluation index

纳米压痕点矩阵单点孔隙度评价指标					横向 $P$ 值 / %
0.000	0.000	0.000	0.006	0.172	3.56
0.021	0.000	0.000	0.135	0.007	3.26
0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00
0.007	0.000	0.000	0.000	0.146	3.06
0.000	0.000	0.000	0.123	0.043	3.32
0.56	0.00	0.000	5.28	7.36	纵向 $P$ 值 / %

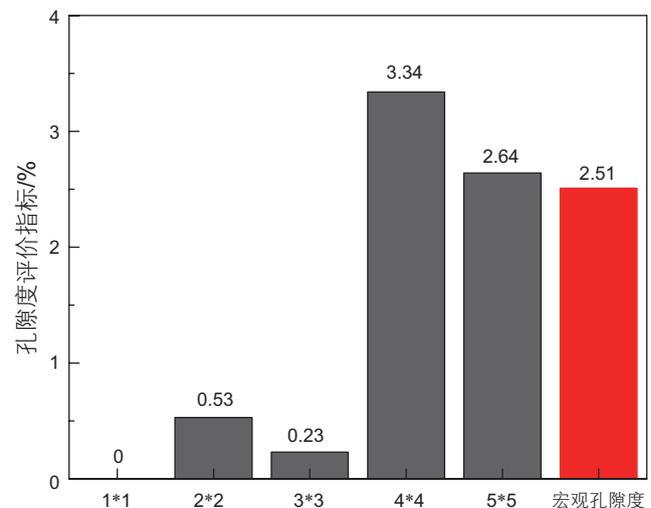


图10 孔隙度评价指标压痕点数量敏感性分析  
Fig. 10 Sensitivity analysis of the number of indentation points for the evaluation index of porosity

对该方法影响较大,需要大量的纳米压痕数据做分析;(2)如果探头尺度大,进而对小孔隙不敏感导致孔隙度计算结果偏小;(3)岩石蠕变和压头压实形成的新裂缝产生的突变也用作岩石孔隙度评价,导致计算结果偏大。

### 2.3 基于 Mori-Tanaka 和稀疏法的纳米压痕实验结果尺度升格计算

将纳米压痕的测试结果进行尺度升级对微观力学表征技术在页岩力学性质的表征应用将取得积极的促进作用。尺度升级模型已经广泛的应用在复合材料的分析中。其中,Voigt 和 Reuss 模型分别给出材料平均模量的上限和下限,且 Voigt 取算术平均值,Reuss 取调和平均值进行计算。稀疏法在不考虑各矿物晶体相互作用的情况下,假定夹杂的平均应变近似的等于其镶嵌于无限大基体中的应变,适用于夹杂所占体积分数较少的情形。Mori-Tanaka 方法在稀疏法的基础上进一步地考虑了矿物孔隙、裂缝及缺陷对岩石性质的影响。Mori-Tanaka 和稀疏法的计算公式见徐鼎平等人的研究<sup>[17-18]</sup>。

纳米压痕统计弹性模量、稀疏法计算模量、Mori-Tanaka 计算模量和单轴压缩测试模量结果见表 3。

表 3 弹性模量统计方法与弹性模量分析结果

Table 3 The statistics method and analyze results of the elastic modulus

方法	弹性模量 /GPa	泊松比
统计法	41.0	0.20
稀疏法	30.0	0.20
Mori-Tanaka 法	32.1	0.20
单轴压缩法	21.1	0.19

由表 3 可知纳米压痕的统计结果要大于岩心尺度

下的单轴压缩结果,正如前文叙述的那样,微观测试避开了页岩的缺陷,使得测得的弹性模量要大于宏观压缩实验测得的结果。2 种尺度升格算法的计算结果均位于统计学和单轴压缩法结果之间,其中稀疏法更接近于单轴压缩法的结果。

## 3 结论

本研究通过 SEM 表征龙马溪组页岩表面孔隙特征;其次,利用纳米压痕技术和 EDS 表征各矿物细观力学特性;并厘清了位移—载荷曲线突进特征与天然孔隙/裂缝的关联,提出基于位移—载荷曲线评价页岩孔隙度的方法;最后,采用 Mori-Tanaka 和稀疏法对纳米压痕结果进行升格计算。主要结论如下:

(1)厘清了位移—载荷曲线突进特征与水平孔隙、混合孔隙和垂直孔隙的关联,发育水平孔隙处的岩石弹性模量较小。

(2)龙马溪组页岩细观力学性质非均质性强,本文测得杨氏模量 22.5~51 GPa,平均为 41 GPa,硬度 0.53~2.25 GPa,平均为 1.30 GPa。

(3)使用有限元模拟孔隙/裂缝结构对纳米压痕的影响,模拟结果和实验结果拟合良好。建立了基于位移—载荷曲线的页岩孔隙度评价方法,页岩孔隙度评价指标计算结果为 2.64%,接近其宏观孔隙度 2.51%。

(4)应用稀疏法和 Mori-Tanaka 法对纳米压痕力学参数进行升格计算,并用统计学方法和单轴压缩方法进行对比,2 种尺度升格算法的计算结果均位于统计学和单轴压缩法结果之间,其中稀疏法更接近于单轴压缩法的结果。

## 参考文献

- [1] 曾波,王星皓,黄浩勇,等.川南深层页岩气水平井体积压裂关键技术[J].石油钻探技术,2020,48(05):77-84.[ZENG B, WANG X H, HUANG H Y, et al. Key Technology of Volumetric Fracturing in Deep Shale Gas Horizontal Wells in Southern Sichuan[J]. Petroleum Drilling Technologies, 2020, 48(05): 77-84.]
- [2] 天工.《中国天然气发展报告(2021)》发布[J].天然气工业,2021,41(08):68.[TIAN G. China Natural Gas Development Report 2021[J]. Natural Gas Industry, 2021, 41(08): 68.]
- [3] WANG T Y, TIAN S C, LIU Q L, et al. Pore structure characterization and its effect on methane adsorption in shale kerogen[J]. Petroleum Science, 2021, 18(2): 565-578.
- [4] 王晓蕾,司树杰,阿寞.页岩有机质纳米力学性质研究进展[J].科技导报,2020,38(12):115-128.[WANG X L, SI S J, A D. Research progress on nanomechanical properties of shale organic matter[J]. Science & Technology Review, 2020, 38(12): 115-128.]
- [5] CHENG S Z, SHENG M, CHEN Z, et al. Identification of Shale Bedding Layers from Micromechanical Evaluation[R]. SPE 206256, 2021. Dubai, UAE.

- [6] GORAL J, DRO M. Nanofabrication of synthetic nanoporous geomaterials: from nanoscale-resolution 3D imaging to nano-3D-printed digital (shale) rock[J]. *Scientific Reports*, 2020, 10(1): 21596.
- [7] TIAN S C, WANG T Y, LI G S, et al. Nanoscale Surface Properties of Organic Matter and Clay Minerals in Shale[J]. *Langmuir*, 2019, 35(17): 5711–5718.
- [8] 孟筠青, 牛家兴, 夏摺凯, 等. 纳米尺度下煤的力学性质及破坏机制研究[J]. *岩石力学与工程学报*, 2020, 39(01): 84–92. [MENG J Q, NIU J X, XIA J K, et al. Study on mechanical properties and failure mechanisms of coal at the nanometer scale[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2020, 39(01): 84–92.]
- [9] 时贤, 蒋恕, 卢双舫, 等. 利用纳米压痕实验研究层理性页岩岩石力学性质——以渝东南酉阳地区下志留统龙马溪组为例[J]. *石油勘探与开发*, 2019, 46(01): 155–164. [SHI X, JIANG S, LU S F, et al. Investigation of mechanical properties of bedded shale by nanoindentation tests: A case study on Lower Silurian Longmaxi Formation of Youyang area in southeast Chongqing, China[J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2019, 46(01): 155–164.]
- [10] 刘圣鑫, 王宗秀, 张林炎, 等. 基于纳米压痕的页岩微观力学性质分析[J]. *实验力学*, 2018, 33(06): 957–968. [LIU S X, WANG Z X, ZHANG L Y, et al. Micromechanical properties analysis of shale based on nanoindentation[J]. *Journal of Experiment Mechanics*, 2018, 33(06): 957–968.]
- [11] 刘修刚, 郝世俊, 刘修泰, 等. 四川威远区块井下与露头龙马溪组页岩力学特征研究[J]. *西部探矿工程*, 2018, 30(03): 98–101. [LIU X G, HAO S J, LIU X T, et al. Study on mechanical characteristics of Longmaxi shale in underground and outcrop of Weiyuan Block, Sichuan[J]. *West-China Exploration Engineering*, 2018, 30(03): 98–101.]
- [12] LUO S, KIM D, WU Y K, et al. Big data nanoindentation and analytics reveal the multi-staged, progressively-homogenized, depth-dependent upscaling of rocks' properties[J]. *Rock Mechanics Rock Engineering*, 2021, 54(3): 1501–1532.
- [13] TIAN S C, ZHANG P P, SHENG M, et al. Modification of microscopic properties of shale by carbonic acid treatment: implications for CO<sub>2</sub>-based fracturing in shale formations[J]. *Energy Fuels*, 2020, 34(3): 3458–3466.
- [14] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. *Journal of Materials Research*, 1992, 7(6): 1564–1583.
- [15] XU H, ZHOU W, ZHANG R, et al. Characterizations of pore, mineral and petrographic properties of marine shale using multiple techniques and their implications on gas storage capability for Sichuan Longmaxi gas shale field in China[J]. *Fuel*, 2019, 241: 360–371.
- [16] 王鹏威, 陈筱, 刘忠宝, 等. 海相富有机质页岩储层压力预测方法——以涪陵页岩气田上奥陶统五峰组-下志留统龙马溪组页岩为例[J]. *石油与天然气地质*. 2022, 43(02): 467–476. [WANG P W, CHEN X, LIU Z Y et al, Reservoir pressure prediction for marine organic-rich shale: A case study of the Upper Ordovician Wufeng-Lower Silurian Longmaxi shale in Fuling shale gas field, NE Sichuan Basin [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2022, 43(02): 467–476.]
- [17] 徐鼎平, 柳秀洋, 徐怀胜, 等. 深埋花岗岩细观力学特性纳米压痕试验及参数均质化研究[J]. *中南大学学报(自然科学版)*. 2021, 52(08): 2761–2771. [XU D P, LIU X Y, XU H S, et al, Meso-mechanical properties of deep granite using nanoindentation test and homogenization approach[J]. *Journal of Central South University (Science and Technology)*, 2021, 52(08): 2761–2771.]
- [18] 张兆鹏, 张士诚, 石善志, 等. 基于纳米压痕实验和均匀化方法评价砾岩多尺度力学性质——以玛湖凹陷南斜坡致密砾岩储层为例[J]. *岩石力学与工程学报*, 2022, 41(05): 926–940. [ZHANG Z P, ZHANG S C, SHI S Z, et al. Evaluation of multi-scale mechanical properties of conglomerate using nanoindentation and homogenization methods: A case study on tight conglomerate reservoirs in southern slope of Mahu sag[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2022, 41(05): 926–940.]

(编辑 杨雅露)