

页岩内部孔隙的微观结构观察（一）：制样方法

页岩气是蕴藏于页岩层中的天然气，正在成为搅动世界市场的力量。过去十年内，页岩气已成为美国一种日益重要的天然气资源，同时也得到了全世界其他国家的广泛关注。根据美国能源信息署（Energy Information Administration）的预测，到 2035 年时，美国 46% 的天然气供给将来自页岩气。据估算，中国的页岩气可采储量居世界首位。中国陆域页岩气地质资源潜力为 134.42 万亿立方米，可采资源潜力为 25.08 万亿立方米（不含青藏区）。这种被国际能源界称之为“博弈改变者”的气体，极大地改变了世界的能源格局。其中，北美是全球目前唯一实现页岩气商业化开采的地区。目前中国对页岩气勘探研究还处于起步阶段。

页岩中的微孔是页岩气重要存储空间与流通通道，所以孔隙发育程度直接关系到页岩气的储量大小，是否具有勘探开发价值。通过扫描电子显微镜可以对这些微裂隙的微观结构进行更直观的观察，进一步了解孔隙的大小、形态、发育程度等，从而为研究页岩气的成藏机理，以及为将来的勘探开发提供可靠的依据。

对页岩内部孔隙的微观结构进行分析比较简单的是新鲜断面法。由于生产环境不同，页岩内部的孔隙有微米级和纳米级孔隙。对于微米级孔隙，制成新鲜断面后，喷镀金属或在低真空模式下用钨灯丝电镜即可观察。

对纳米级孔隙，扫描电镜难以识别新鲜断面上由于样品破裂造成的假孔隙。这就需要对样品进行抛光，但在机械抛光过程中由于页岩表面硬度不同所造成的不规则形貌和纳米孔是无法分辨的。常规的技术手段不能有效描述页岩的孔隙结构和表面形态，就需要对页岩进行离子研磨。

离子研磨是用将氦气离子化，再将氦离子加速并轰击样品表面，去掉样品由于机械研磨造成的损伤，达到镜面研磨效果，露出样品内部真实的形貌。相比机械研磨，离子研磨是一种无应力的加工方式。



图 1 日立离子研磨仪 IM4000

这里我们用日立离子研磨仪 IM4000 进行加工。IM4000 有平面研磨和截面研磨两种加工模式。平面研磨是机械抛光后的处理过程，去除抛光造成的应力，加工面积大（ $\varphi = 5\text{mm}$ ），对机械抛光要求高；截面研磨加工面积小，对机械研磨要求较低。对于此类样品，截面研磨比较合适。

在进行离子研磨之前，首先对样品进行前处理。

1. 将页岩制成小块。IM4000 截面加工的最大样品尺寸为 $20 \times 12 \times 7\text{mm}$ ，所以页岩要比以上尺寸小。

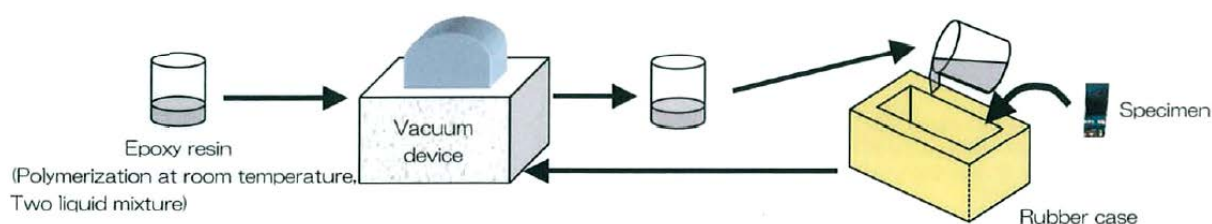


图 2 样品包埋过程

2. 如果页岩形状是不规则的，则需要进行树脂包埋。常用的树脂为环氧树脂，又有常温固化和加热固化之分，为防止样品高温下内部形貌改变，这里选用常温固化树脂。将树脂和固化剂按比例混匀，放在真空排气设备中排除内部的微小气泡待用。将页岩样品放入包埋板中，倒入配好的树脂，再进行真空排气，常温保存过夜。

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

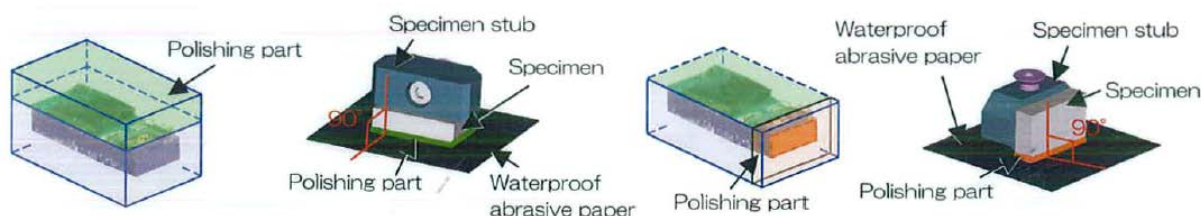


图 3 样品的粗磨过程

3. 取出包埋好的样品，用研磨工具在 2000 目砂纸上打磨，使页岩从包埋物其中的一个边缘露出。

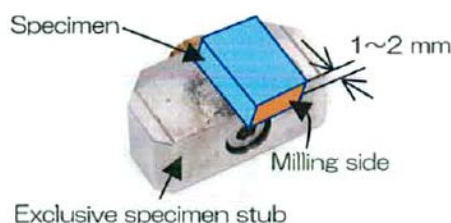


图 4 样品与样品台的粘接示意图

4. 用粘接蜡将制好的包埋物粘在样品台上，并按照操作规程，使露出的样品与离子研磨仪挡板贴合在一起，样品露出挡板 50 μ m。

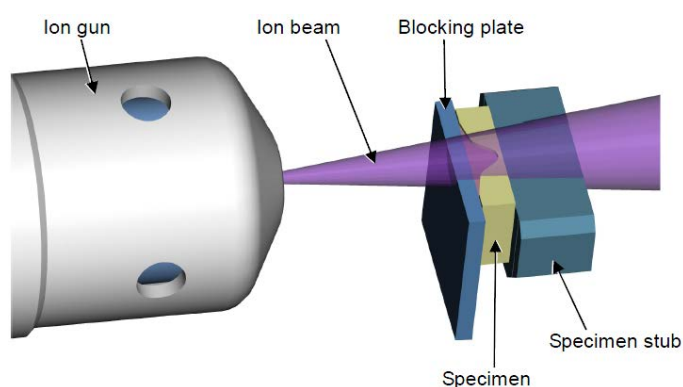


图 5 截面研磨时的加工示意图

5. 设置离子研磨仪加速电压为 6kV，样品台摆动速度为 3 reciprocation/min，摆动角度为 $\pm 30^\circ$ ，加工时间为 1h，开始研磨。

6. 研磨完成后，取出样品台和样品，放入扫描电镜观察。