

# 岛津扫描探针显微镜表征页岩微观孔隙结构

SPM-001

**摘要：**页岩的表面微观结构与页岩气的存储量、渗流能力息息相关，对其进行表征有助于页岩气的勘探开发及成藏机理解析。本文借助氩离子抛光技术对页岩进行表面处理，采用扫描探针显微镜（SPM）表征页岩的微观孔隙结构，并与扫描电子显微镜的表征结果进行对比，证明了 SPM 的技术优势。

**关键词：**扫描探针显微镜 页岩 微观孔隙结构 扫描电子显微镜

页岩由一种具有页状或薄片状层理的黏土岩，致密、硬度低，因富含有机质成分，可生成、储存大量的天然气，即页岩气。页岩的微观孔隙结构不仅与页岩气的储存量息息相关，而且直接控制页岩气的渗流能力，因此，对其进行微观孔隙结构表征，不仅有助于页岩气的勘探开发，而且利于解析页岩气的成藏机理，具有重要的国家能源及国家战略意义。

目前主要借助扫描电子显微镜（SEM）表征页岩的微观孔隙结构，其基本原理为利用电子束轰击页岩表面，使之与表面的原子发生碰撞，产生二次电子、俄歇电子、背散射电子等物理效应，通过对上述效应进行检测，即可得到页岩的表面形貌及孔隙结构信息。但因页岩成分复杂，产生的物理效应复杂，易导致图

像中存在较多赝信号，难以量化空间尺度，导致图像误差。对于页岩样品来讲，其为不导电样品，为了获得更好的图像，往往需要进行喷金或喷碳处理，这样一来，几纳米到几十纳米不均匀的金膜或碳膜势必会影响测试样品的原始形貌。同时，由于 SEM 的空间分辨率有限，无法细致表征页岩的微观孔隙结构。而扫描探针显微镜（SPM）与 SEM 具有完全不同的工作机理，其直接通过检测样品表面与探针（微型力敏感元件）之间极其微弱的原子间相互作用力，即可实现样品表面形貌的高分辨表征及样品性质的定量分析。

本文首先采用氩离子抛光技术对页岩表面进行处理，而后采用扫描探针显微镜对其表面微观孔隙结构进行观察。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

扫描探针显微镜 SPM-9700HT



图 1 扫描探针显微镜 SPM-9700HT

## 1.2 分析条件

功能模式：动态模式  
探针：弹性系数 9 N/m  
像素：512 x 512

扫描范围：1  $\mu\text{m}$  x 1  $\mu\text{m}$ 、  
500 nm x 500 nm、  
200 nm x 200 nm

## 1.3 样品及处理

测试样品为取自于不同地理深度的三个页岩样品。其中，1# 样品的地理深度为  $D_1$ ，2# 样品的地理深度为  $D_2$ ，3# 样品的地理深度为  $D_3$ ，上述三个地理深度的关系为： $D_1 < D_2 < D_3$ 。

将上述三个样品经过普通砂纸打磨处理后，采用氩离子抛光技术对表面进行处理。

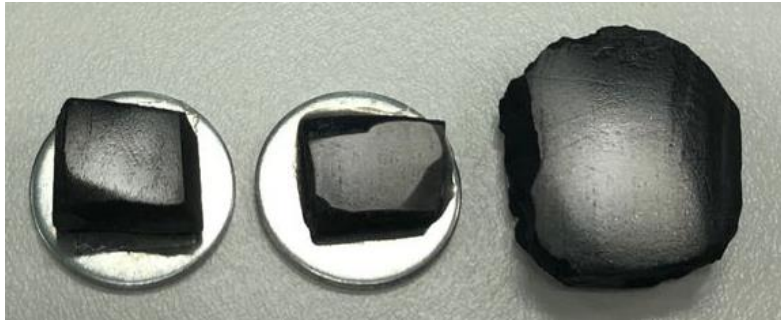


图 2 样品抛光后的光学图片

## 结果与讨论

### 2.1 SEM 表征页岩形貌

首先采用 SEM 对页岩的表面形貌进行表征，测试样品为 2# 样品，此过程中没有对样品进行任何喷金或喷碳处理，结果如图 3 所示。由图可知，当放大倍数较低时（1830 倍），仅能观察到 2# 样品表面的矿物边界形貌，未能观察到任何的微观孔隙结构；增加放大倍数至 3 万倍，可观察到部分的孔隙结构（图中红色圈内），但由于样品导电性不好，所得图像分辨率较低、对比度差，无法对其孔隙结构进行细致分析。

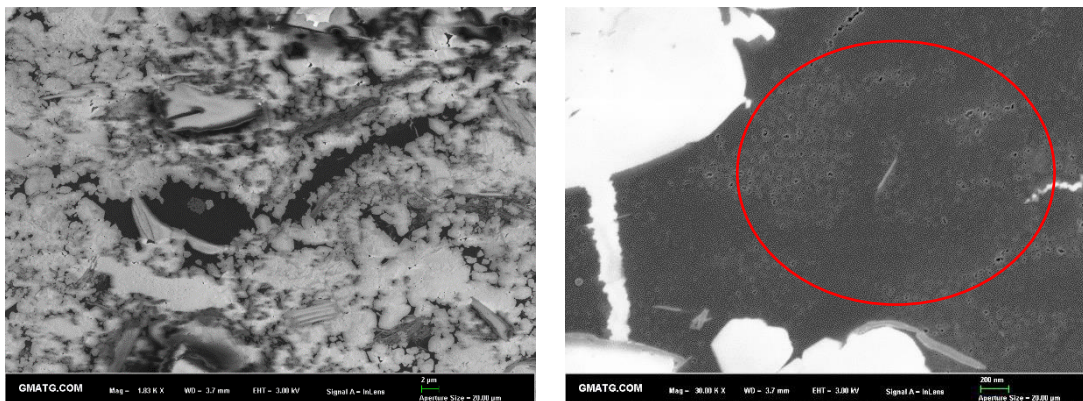


图 3 2# 样品的 SEM 图（左：放大倍数 1830 倍；右：放大倍数 3 万倍）

### 2.2 SPM 表征页岩的微观孔隙结构

采用岛津 SPM-9700HT（选用最大扫描范围为 10  $\mu\text{m}$  的扫描器）对页岩样品进行微观孔隙结构观察，如图 4 所示。图中红色圈内即为目标测试区域，从图中可以看出样品表面的孔隙很小，且所占面积很小，因此为保证在观察到孔隙整体结构的同时，可观察到单个清晰的孔隙结构，对三个样品均进行了不同扫描范围下的观察。

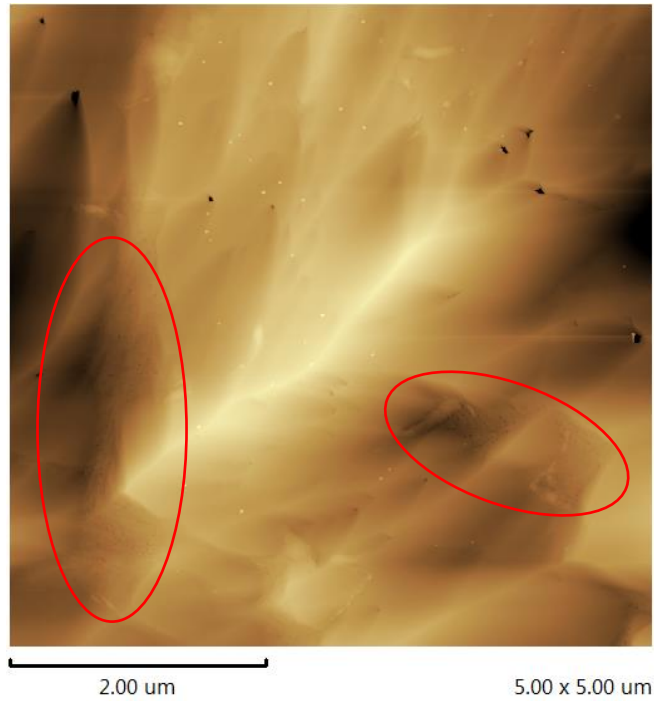


图 4 5 μm × 5 μm 范围扫描下的 SPM 图

图 5、图 6 和图 7 分别为 1#、2# 和 3# 样品的扫描测试图，每个图中从左到右的扫描范围依次为 1 μm × 1 μm、500 nm × 500 nm 和 200 nm × 200 nm。从图中可清晰地观察到三组页岩表面的微观孔隙结构，均具有较高的孔隙率，但微孔孔径大小不一。所得的 SPM 图像的分辨率与清晰度远高于图 3 所示 SEM 图，充分证明了 SPM 在表征微观孔隙结构方面的巨大优势。对比三组测试数据可以发现，1# 样品与 2# 样品的微观孔隙结构相近，大多为圆形结构，呈无规分布状态，平均微孔孔径约为 10 nm。而 3# 样品表面虽然也有很多小的孔隙结构，但也存在很多尺寸较大的无规则孔隙结构，其最大的孔隙尺寸可达 35.7 nm。同时，3# 样品还存在一些尺寸为几百纳米的狭缝孔隙结构，如图 8 所示。另外，1# 样品与 2# 样品采集地理深度相近，而 3# 样品采集于较深的地理深度。综合上述实验结果分析，可推测不同地理深度的样品具有不同的微观孔隙结构。当然，这一结论还有待进一步的研究与验证。

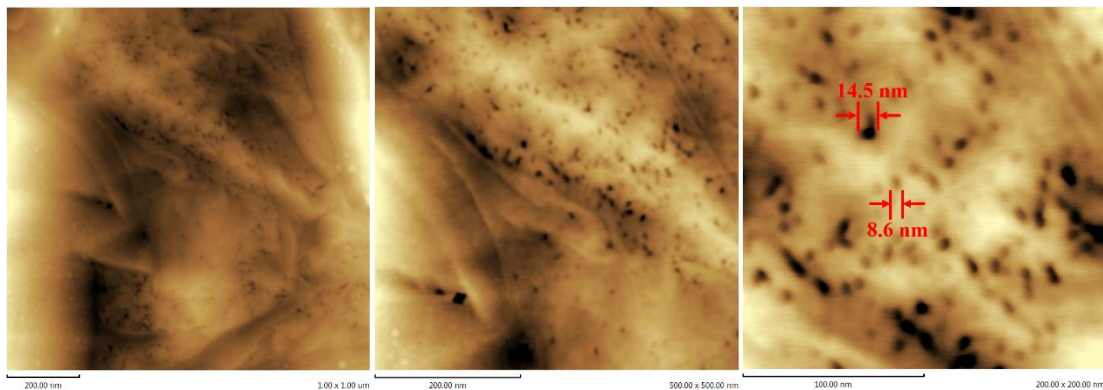


图 5 1# 样品在不同扫描范围下的 SPM 图

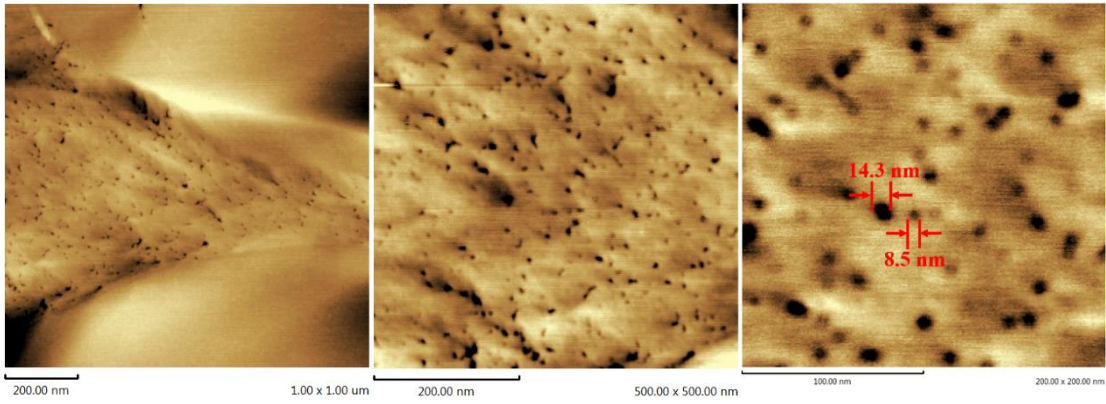


图 6 2# 样品在不同扫描范围下的 SPM 图

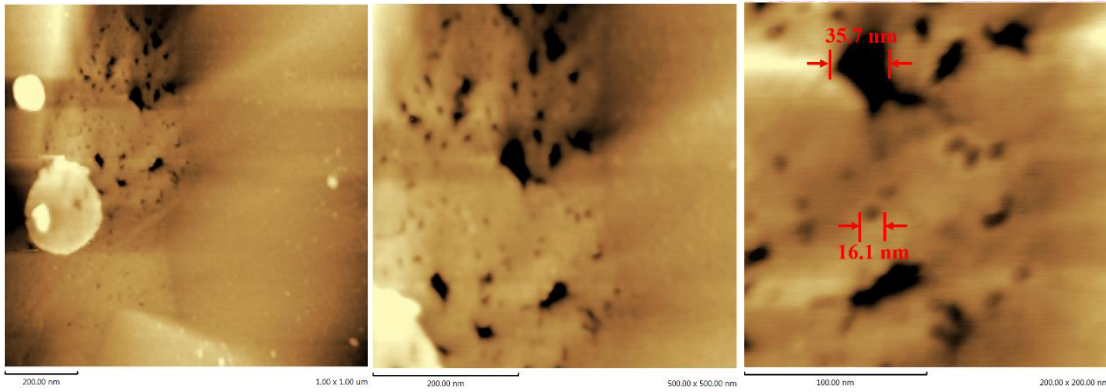


图 7 3# 样品在不同扫描范围下的 SPM 图

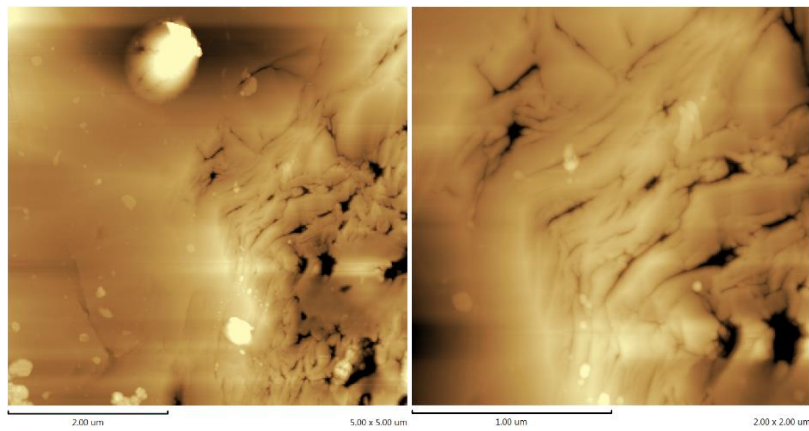


图 8 3# 样品表面在不同扫描范围下的 SPM 图

## ■ 结果与讨论

本文采用 SPM 对页岩的微观孔隙结构进行了表征，并与 SEM 的测试结果进行对比。结果表明：与 SEM 技术相比，SPM 技术具有更高的空间分辨率、对比度及成像效果，其可准确清晰地表征页岩的孔形貌、孔结构分布、孔隙率、孔径分布，为后续页岩及页岩气的相关研究提供强有力的实验支持。同时，根据 SPM 测试结果可推测不同地理深度的样品具有不同的微观孔隙结构，这一结论还有待进一步的研究与验证。

## ■ 参考文献

- [1] 蔡潇 . 电子显微学报 , 2015 (34), 326-331
- [2] 白永强 , 李娜 , 杨旭 , 张雁 , 张雨 . 东北石油大学学报 , 2013 (37), 45-50