

鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组砂-泥薄互层 岩石力学特性

丛日超¹, 杨睿月¹, 胡家晨^{1,2}, 夏志浩¹, 黄中伟¹, 李根生¹, 井美洋¹

(1. 中国石油大学(北京) 油气资源与工程全国重点实验室, 北京 102249; 2. 中海油能源发展股份有限公司 工程技术分公司, 天津 300450)

摘 要: 阐明薄互层岩石力学性质是研究薄互层裂缝扩展规律和开展水力压裂方案设计的基础。然而, 常规岩石力学实验难以精细表征薄互层岩石层间力学性质。针对上述问题, 采用点矩阵纳米压痕、高分辨率扫描电镜和能量色散光谱技术 (SEM-EDS) 精细表征了鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组砂-泥薄互层取心岩石中砂岩层与泥岩层的矿物特征及力学差异、分析了典型矿物的压痕特征和开裂模式; 在此基础上通过巴西劈裂实验研究了倾角、夹层/弱面对砂-泥薄互层岩石抗拉强度和断裂模式的影响。研究结果表明: ① 砂岩层石英、长石、赤铁矿和方解石等脆性矿物含量较高, 平均弹性模量为 51.4 GPa, 平均硬度为 1.74 GPa, 平均断裂韧性为 $5.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$, 分别是泥岩层的 1.10、1.14、1.10 倍。② 三棱锥玻式金刚石压头条件下单矿物压痕近似呈等边三角形, 多矿物压痕主要受软矿物影响, 易于向软矿物相一侧压入。③ 石英、赤铁矿/方解石、层状硅酸盐矿物的压痕尺寸依次增大, 脆性矿物压痕易于产生剪切裂纹和径向裂纹, 延性矿物压痕易于产生材料剥落。④ 随倾角增加 ($0^\circ \sim 90^\circ$), 砂-泥薄互层岩石巴西劈裂抗拉强度逐渐降低, 破坏易沿着夹层/弱面产生; 倾角从 $0^\circ \sim 90^\circ$ 的变化过程是砂-泥薄互层岩石的破坏模式由拉伸主导-剪切主导-拉伸主导的转变过程。研究区下石盒子组砂-泥薄互层岩石非均质性和各向异性显著, 矿物组成及其力学性质差异是导致薄互层层间地质力学差异的重要因素。

关键词: 薄互层岩石; 点矩阵纳米压痕; SEM-EDS; 压痕形貌; 巴西劈裂

中图分类号: P618 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-9993(2025)03-1668-15

Mechanical properties of thinly interbedded sandstone-mudstone rocks in Lower Shihezi Formation from eastern Ordos Basin

CONG Richao¹, YANG Ruiyue¹, HU Jiachen^{1,2}, XIA Zhihao¹, HUANG Zhongwei¹, LI Gensheng¹, JING Meiyang¹

(1. State Key Laboratory of Petroleum Resources and Engineering, China University of Petroleum (Beijing), Beijing 102249, China;

2. CNOOC Energy Development Co., Ltd., Engineering Branch, Tianjin 300450, China)

Abstract: Mechanical properties of thinly interbedded rocks are fundamental for investigating the crack propagations and designing hydraulic fracturing treatments in multi-layered formations. However, conventional geomechanical tests face challenges in precisely characterizing the mechanical properties of individual interlayers. For the issues mentioned above, the grid nanoindentation, high-resolution scanning electron microscopy assist with energy-dispersive spectroscopy (SEM-

收稿日期: 2024-03-21 策划编辑: 韩晋平 责任编辑: 黄小雨 DOI: 10.13225/j.cnki.jccs.2024.0296

基金项目: 国家自然科学基金面上资助项目(52274014)

作者简介: 丛日超 (1998—), 男, 内蒙古通辽人, 博士研究生。E-mail: 1927942954@qq.com

通讯作者: 杨睿月 (1989—), 女, 内蒙古四子王旗人, 教授, 博士生导师。E-mail: yangruiyue@cup.edu.cn

引用格式: 丛日超, 杨睿月, 胡家晨, 等. 鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组砂-泥薄互层岩石力学特性[J]. 煤炭学报, 2025, 50(3): 1668-1682.

CONG Richao, YANG Ruiyue, HU Jiachen, et al. Mechanical properties of thinly interbedded sandstone-mudstone rocks in Lower Shihezi Formation from eastern Ordos Basin[J]. Journal of China Coal Society, 2025, 50(3): 1668-1682.



移动阅读

EDS) techniques are employed to finely characterize the differences in mineral features and mechanical properties between the sandstone layer and mudstone layer within the thinly interbedded sandstone-mudstone core rocks that collected from the Lower Shihezi Formation in the eastern Ordos Basin. Furthermore, the indentation features and cracking patterns of typical minerals are analyzed. On this basis, the impact of inclination angle and interlayer/weak interface on the tensile strength and fracture pattern of the thinly interbedded sandstone-mudstone rocks is investigated through Brazilian splitting tests. Results indicate that ① the sandstone layer exhibits the higher mechanical strength due to the higher content of brittle minerals such as quartz, feldspar, hematite, and calcite, with an average Young's modulus of 51.4 GPa, average hardness of 1.74 GPa, and average fracture toughness of $5.4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$, which are 1.10 times, 1.14 times, and 1.10 times than that of mudstone layer, respectively. ② When using a three-sided pyramid Berkovich diamond indenter, the indentation of a single mineral exhibits an approximate equilateral triangle shape. In the case of multiple minerals, the indentation is primarily influenced by the softer mineral phase, making it easier to press into the softer mineral phase. ③ The indentation sizes of quartz, hematite/calcite, and phyllosilicate minerals increase sequentially. Moreover, indentations on brittle minerals are prone to generate shear and radial cracks, while indentations on ductile minerals are more likely to produce chippings. ④ As the inclination angle increases (0° – 90°), the Brazilian tensile strength of the thinly interbedded sandstone-mudstone rocks gradually decreases, and the failure is more likely to occur along the interlayer/weak interface. Besides, the variation in inclination angle from 0° to 90° represents a transition in the failure pattern of thinly interbedded sandstone-mudstone rocks from tensile-dominated to shear-dominated, and then back to tensile-dominated. In addition, the heterogeneity and anisotropy of thinly interbedded sandstone-mudstone rocks in the Lower Shihezi Formation of the study area are apparent. The differences in mineral compositions and mechanical properties are significant factors contributing to geomechanical variations between the thin interlayers.

Key words: thinly interbedded rocks; grid nanoindentation; SEM-EDS; indentation morphologies; brazilian splitting

0 引 言

我国致密砂岩气(简称致密气)资源丰富,是未来我国清洁能源利用的重要保障^[1-3]。鄂尔多斯盆地作为我国最大的致密气生产基地,致密气资源量为 $14.50 \times 10^{12} \text{ m}^3$, 约占全国致密气资源总量的 66%^[4]。近年来,在鄂尔多斯盆地东北缘的临兴-神府气田取得勘探开发突破,探明天然气地质储量超 1 010 亿 m^3 ^[5]。其中,二叠系下石盒子组作为鄂尔多斯盆地东缘主要开发层系之一,岩性组合复杂,单层厚度薄且互层频繁,导致储层地质力学性质差异显著,进而影响裂缝扩展形态和压裂施工效果^[6-7]。一体化穿层压裂和多气合采是实现薄互层经济高效开发的重要手段。然而,如何在复杂地质力学条件下预测和控制薄互层压裂裂缝扩展路径,进而推动薄互层高效开发是亟需攻关的难题^[8-9]。阐明薄互层岩石力学特性是研究薄互层裂缝扩展规律和压裂方案优化设计的基础^[10-11]。

当前学者们主要采用常规岩石力学实验研究层状岩石的力学性质和断裂破坏形式。尹光志等^[12]采用真三轴流-固耦合试验系统,开展了细砂岩、粉砂岩、板岩和层状复合岩石在三向应力条件下的真三轴压缩实验,研究层状复合岩石的强度特性以及中间主应力对复合岩石强度的影响。丁恩理等^[13]采用相似材

料制作软硬互层岩样并开展常规三轴压缩实验,研究了不同夹层倾角、夹层厚度比及围压条件下岩样的强度规律及破坏形式。LU 等^[14]开展了煤-岩层状岩石真三轴压缩实验,研究了层理方向对煤-岩层状岩石力学特性的影响。此外, SUO 等^[15]以不同层理角度($0^\circ/30^\circ/60^\circ/90^\circ$)取心页岩为实验对象,研究了页岩的力学特性和各向异性特征。由于室内实验研究参数和对象的局限性,部分学者采用数值模拟方法研究层状岩石的力学性质。如 YIN 和 MA 等^[16-17]采用离散元方法模拟了单轴压缩条件下节理倾角和厚度比对煤-岩层状岩石力学强度、破坏形式、声发射特征和能量演化规律的影响。以上室内实验和数值模拟结果表明,层状岩石的强度、变形和断裂破坏特征与各层的厚度、组合类型、力学性质以及倾角等密切相关。然而,现有关于层状岩石力学实验多采用相似材料(如水泥浇筑)或天然岩石(如砂岩、煤等)直接胶结制成,实验对象多以砂-煤层状岩石为主且每层厚度相对均匀,无法模拟力学性质差异较大的薄互层岩石。砂-泥薄互层岩石是鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组最常见的岩性组合类型之一。与煤岩相比,泥岩的节理裂隙少、力学强度高、塑性变形小,砂-泥薄互层岩石的力学响应特征显著区别于砂-煤层状岩石,其强度、变形和断裂行为及各向异性特征尚不明确。同时,由

于薄互层岩石单层厚度薄且变化不均、互层频繁,常规岩石力学实验难以精细刻画不同小层的力学性质差异。此外,脆性和可压性评价是水力压裂方案设计与优化的重要参数。其中,基于矿物成分的脆性和可压性评价方法最为常用^[18-19],目前对于砂-泥薄互层岩石不同矿物的力学响应及其差异尚不清晰。

纳米压痕技术是解决上述问题的有效手段,可通过小尺寸岩样(毫米级)精细刻画不同小层的弹性模量、硬度、断裂韧性等,配合高分辨率扫描电镜可以识别矿物的压痕形貌特征。基于点矩阵纳米压痕技术,LIU 等^[20]发现随着黏土矿物含量和孔隙结构的增大,页岩的弹性模量降低;SHENG 等^[21]结合去卷积分析方法对页岩矿物进行分相处理,研究了页岩的弹性模量和硬度随埋深和原位应力的变化。此外,CHENG 和 YANG 等^[22-23]采用点矩阵纳米压痕技术和扫描电镜研究了页岩矿物相的力学性质,结果表明石英表现为弹性主导的变形而黏土矿物表现为塑性主导的变形。目前该技术已广泛应用于研究岩石的力学性质。笔者以鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组砂-泥薄互层取心岩石为研究对象,首先采用点矩阵纳米压痕技术精细刻画了砂岩和泥岩的力学性质差异,结合高分辨率

扫描电镜和能量色散光谱技术 (Scanning Electron Microscopy with Energy-Dispersive Spectroscopy, SEM-EDS) 研究了典型矿物的力学响应和压痕形貌特征;在此基础上,通过巴西劈裂实验研究了不同倾角对薄互层岩石抗拉强度和断裂破坏形式的影响。研究结果可为鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组薄互层裂缝扩展规律和压裂方案设计提供可靠参数和机理认识。

1 研究区地质概况

鄂尔多斯盆地东缘在吕梁山和紫金山共同作用下地层隆起,发育压性断裂和挠褶构造,整体呈东部隆升,地层倾角为 12°~23°,西部为西倾斜坡,地层倾角为 1°~2°^[24]。地层自下而上发育石炭系本溪组、二叠系太原组、山西组、石盒子组和石千峰组。其中,石盒子组是主要的致密气和页岩气储层,可以进一步分为上石盒子组和下石盒子组(图 1)。在下石盒子组沉积期形成了广泛发育的陆相浅水三角洲沉积体系,砂体整体上表现为纵向叠置、横向复合连片的分布特征^[4]。研究区以特低孔、特低渗储层为主(孔隙度中值 < 10%,渗透率中值 < 10⁻¹⁵ m²),致密化程度高^[5]。基于研究区 30 余口井的测井岩性分层数据统计表明

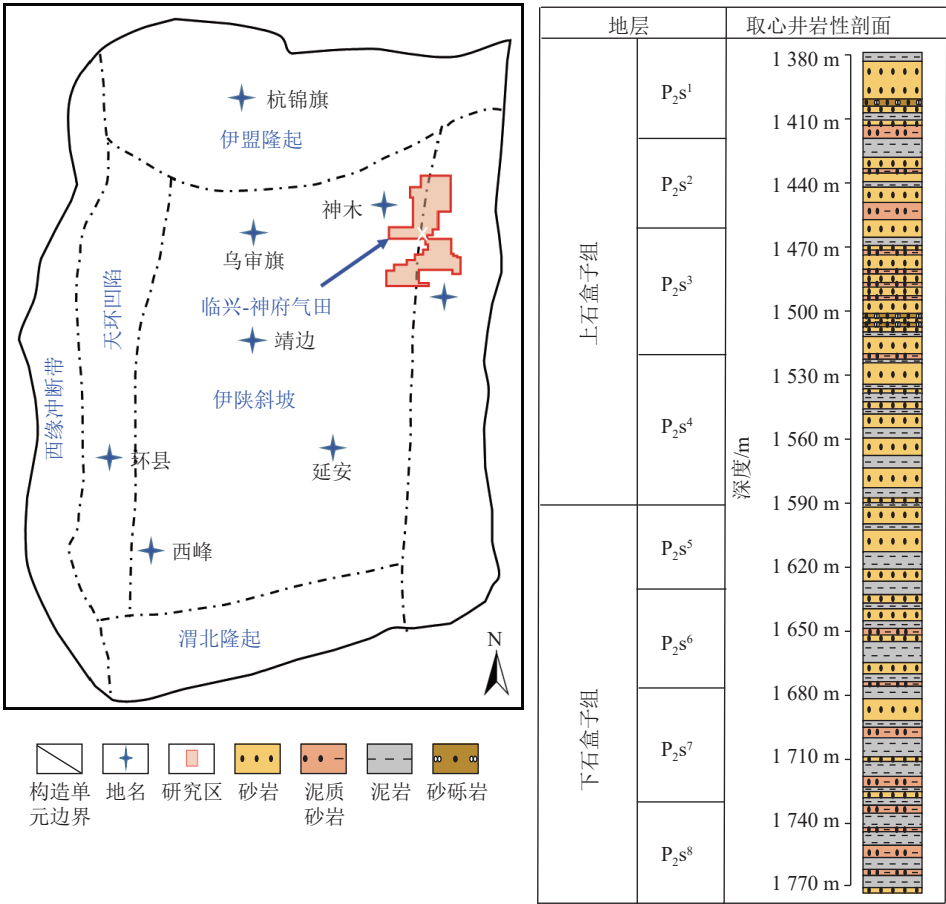


图 1 鄂尔多斯盆地东缘石盒子组取心井岩性剖面

Fig.1 Lithological profile of the cored well in Shihezi Formation in eastern Ordos Basin

下石盒子组砂岩、泥页岩发育,单层厚度薄,纵向上发育 40~50 小层,单层厚度小于 4 m 的储层占比 55%~72%,其中单层厚度小于 2 m 的储层占比超过 40%。由于多薄层叠置分布、低渗透性和强非均质性特征导致下石盒子组储层物理力学性质具有特殊性和复杂性。

2 试验设计与测试过程

2.1 样品准备

采集鄂尔多斯盆地东缘 X 井下石盒子组全直径取心岩石,如图 2a 所示。发现取心岩石纵向上呈现明(砂)-暗(泥)交替分布,各小层厚度不一,具有明显的薄互层特征。由于常规测井分辨率的限制,这种薄夹层(毫米至厘米级)难以通过测井数据解释进行精细地质分层。研究中常将这种薄夹层结构考虑为具有一定厚度的弱结构面,这将显著影响整体的力学性质和水力压裂裂缝扩展路径^[25-26]。笔者采用点矩阵纳米压痕技术精细刻画不同小层的力学性质差异,结合 SEM-EDS 技术研究不同小层典型矿物的力学响应,揭示产生力学性质差异的原因。在此基础上通过不同倾角的巴西劈裂实验分析夹层/弱面、倾角对宏观力学性质和断裂形式的影响,具体实验流程如图 2 所示。

点矩阵纳米压痕测试样品制备过程如下:①采用

线切割设备将全直径取心岩石中相邻砂岩层和泥岩层切割成 8 mm×6 mm×5 mm 的长方体样品各 1 个;②对测试样品表面进行机械抛光和氩离子抛光,以减少表面粗糙度对测试结果的影响(图 2c)。经原子力显微镜 (Atomic Force Microscopy, AFM) 表面形貌扫描计算砂岩和泥岩样品的表面粗糙度 (Sa) 分别为 55.3 nm 和 35.7 nm,远小于纳米压痕测试中压头压入深度 (3 000 nm)。因此,表面粗糙度对纳米压痕测试结果的影响可以忽略^[27-28]。

笔者采用巴西劈裂实验研究不同倾角下 (0°/30°/45°/60°/90°) 砂-泥薄互层岩石的力学性质和断裂破坏形式。定义倾角为夹层/弱面方向与水平方向的夹角(图 2i)。根据《煤和岩石力学物理力学性质测定方法》^[29],制备巴西劈裂标准试件尺寸为 $\phi 25$ mm×15 mm(图 2h),每种倾角下测试 3 组样品以减少样品非均质性带来的实验误差,提高实验结果的可靠性。采用 X 射线衍射 (X-ray Diffraction, XRD) 分析了砂岩和泥岩的矿物组成,见表 1。发现薄互层取心岩石以石英和黏土矿物为主,还含有少量长石与赤铁矿。与砂岩相比,泥岩的黏土矿物含量较高而石英含量较低,这将对其实力学性质产生重要影响。

2.2 点矩阵纳米压痕测试

以 Oliver-Pharr 方法为原理的纳米压痕测试技术

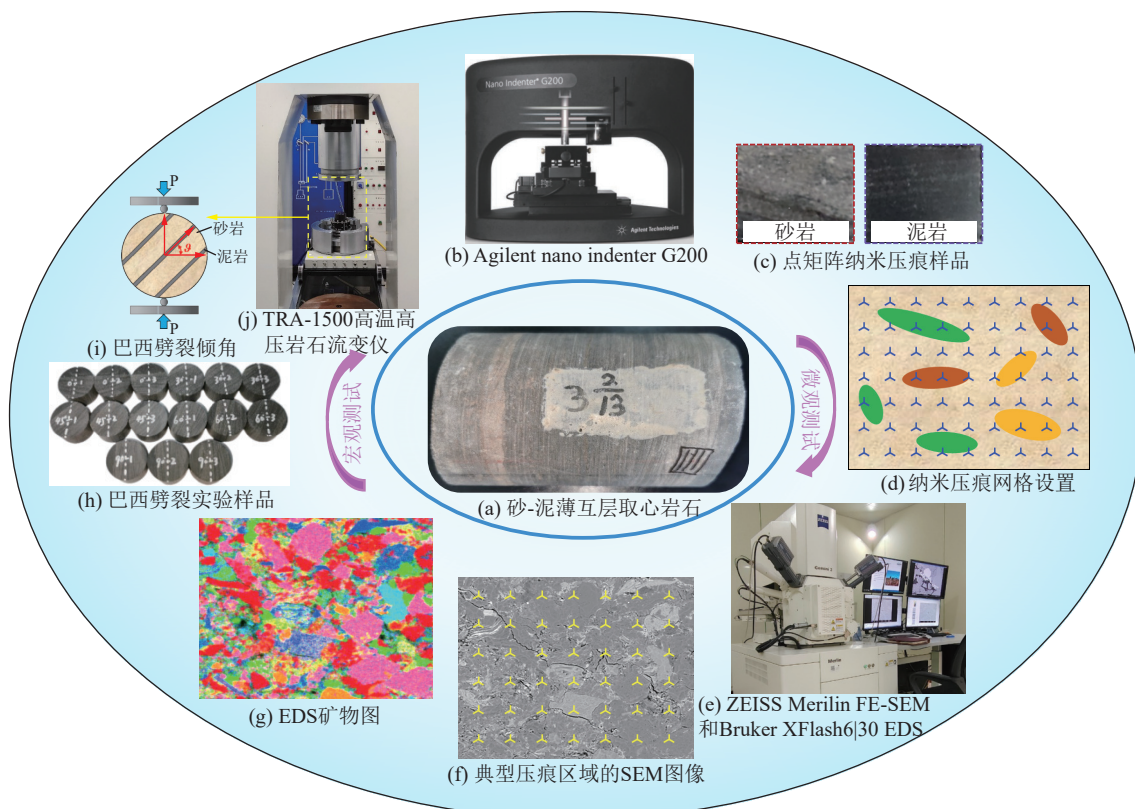


图 2 实验样品和流程 (据 CONG 等^[26]修改)

Fig.2 Experimental sample and progress (modified from CONG et al.^[26])

表 1 样品矿物组成与表面特征

Table 1 Mineral compositions and surface characteristics of samples

测试样品	XRD 矿物组分质量分数/%				表面粗糙度/nm	取心深度/m
	石英	黏土	长石	赤铁矿		
砂岩	49.9	30.4	6.1	13.6	55.3	1 727.4
泥岩	46.3	44.4	2.5	6.8	35.7	(下石盒子组)

已广泛用于评价材料的力学性能^[30]。本次采用 Agilent Nano Indenter G200 力学测试仪的连续刚度测试技术 (Continuous Stiffness Measurement, CSM) 进行砂岩和泥岩点矩阵纳米压痕测试 (图 2b), 可得到弹性模量和硬度随压入深度连续动态变化的过程。Agilent Nano Indenter G200 最大压入载荷 500 mN, 载荷分辨率为 50 nN, 位移分辨率 0.01 nm。本次点矩阵纳米压痕测试采用三棱锥玻式金刚石压头在室温条件下进行, 具体参数设置如下: 压头压入深度为 3 000 nm, 加载频率为 45 Hz, 应变率为 0.05 s^{-1} , 目标谐波位移为 2 nm。为了获得足够的纳米压痕数据, 每个样品表面随机选择 2 个区域进行纳米压痕测试, 每个区域设置 7×9 的压痕矩阵, 压痕点间距为 $150 \mu\text{m}$ (图 2d)。

点矩阵纳米压痕测试的流程如下: ①固定: 将抛光好的岩石样品固定在样品台上; ②标定: 在标准样品 (本次实验为熔融石英, 弹性模量为 72 GPa, 泊松比为 0.17) 上对面积函数进行标定, 确保实验精度; ③测试: 选定岩石测试区域, 以预设速率进行加载, 当压头到达预设压入深度后停止加载, 保载 10 s 后以恒定速率卸载, 重复上述加载/卸载过程, 记录并分析实验结果。典型的纳米压痕载荷-位移曲线如图 3b 所示, 分为加载、保载和卸载 3 个阶段。在加载阶段, 压头尖端压入材料表面, 在初始加载过程中仅发生弹性变形。随着压入深度的增加, 材料由弹性变形转变为塑性变形, 直至压入深度达到预设值。在短暂的保载阶段之

后, 压头进入卸载阶段。卸载阶段只产生弹性恢复变形, 该阶段通常用于计算弹性模量和硬度。最终, 由于材料产生不可逆塑性变形而保留一定的残余深度。纳米压痕测试中弹性模量、硬度和断裂韧性的计算原理如下:

1) 弹性模量和硬度。测试样品的弹性模量和硬度可通过式 (1)~式 (3) 得到:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2\sqrt{A_c}}{\sqrt{\pi}} \times E_r \quad (1)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-v^2}{E} + \frac{1-v_i^2}{E_i} \quad (2)$$

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (3)$$

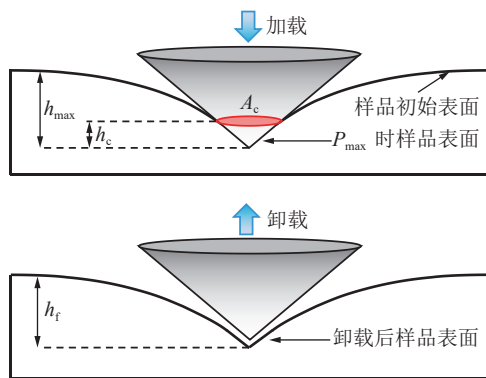
式中: P 为载荷; h 为压痕位移; E 和 E_i 分别为岩石样品和压头的弹性模量, GPa; E_r 为折减模量或压痕模量, GPa; v 和 v_i 分别为岩石样品和压头的泊松比; S 为接触刚度, N/m; A_c 为压头接触面积, m^2 。 H 为压痕硬度, GPa; $P_{\max}$ 为峰值载荷, N。本文中, 测试样品泊松比取 0.3。

2) 断裂韧性。断裂韧性是表征材料抵抗裂缝扩展能力的重要参数。采用能量分析法进行岩石断裂韧性计算, 总能量 U_t 分为弹性能 U_e 和塑性能 U_p , 如图 3b 所示的封闭区域^[31]。弹性能是由纯弹性变形引起, 而塑性能是由纯塑性变形产生的能量 U_{pp} 和微裂纹产生的能量 U_c 引起。

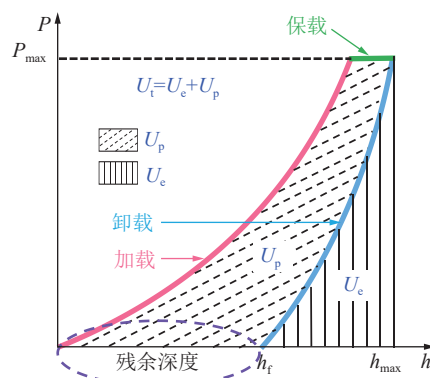
$$U_t = U_e + U_p = U_e + U_{pp} + U_c \quad (4)$$

其中, U_t 和 U_{pp} 可通过式 (5) 计算:

$$\frac{U_{pp}}{U_t} = 1 - \left[\frac{1 - 3\left(\frac{h_f}{h_{\max}}\right)^2 + 2\left(\frac{h_f}{h_{\max}}\right)^3}{1 - \left(\frac{h_f}{h_{\max}}\right)^2} \right] \quad (5)$$



(a) 纳米压痕测试原理示意



(b) 纳米压痕典型载荷-位移曲线及能量分析

图 3 纳米压痕典型载荷-位移曲线和能量分析^[26]Fig.3 Typical load-displacement curve and energy analysis in nanoindentation^[26]

式中: h_f 为残余压痕深度, nm; $h_{\max}$ 为最大压痕深度, nm。

产生裂缝的临界能量释放率 G_c 可通过式 (6) 计算:

$$G_c = \frac{\partial U}{\partial A} = \frac{U_c}{A_{\max}} \quad (6)$$

岩石断裂韧性 K_{Ic} 计算公式如下:

$$K_{Ic} = \sqrt{G_c E_r} \quad (7)$$

2.3 SEM-EDS 测试

采用 ZEISS Merlin 场发射环境扫描电子显微镜 (Field Emission Environment Scanning Electron Microscopy, FE-SEM) 和 Bruker XFlash630 能谱仪 (Energy-Dispersive Spectroscopy, EDS) 进行典型压痕区域形貌扫描与矿物识别。SEM 分辨率设置为 40 nm。与 XRD 通过不同元素的质量分数间接推断各矿物的体积占比不同, SEM-EDS 测试可以直观定量的获得矿物成分和空间分布。为达到上述目的, 首先采用高分辨率区域扫描技术获取压痕区域的形貌特征, 然后通过 EDS 识别相应区域的原子组成, 并通过矿物自动定量分析系统获得矿物组成和空间分布特征^[32]。

2.4 巴西劈裂实验

巴西劈裂实验是测量岩石抗拉强度的间接方法, 因其制样快速、便捷而被广泛应用。根据巴西劈裂实验抗拉强度的计算方法^[33], 抗拉强度计算公式为:

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi Dt} \quad (8)$$

式中: P 为样品破坏时的最大载荷, N; D 为样品直径, mm; t 为样品厚度, mm。

需要指出, 式 (8) 适用于各向同性材料且破坏发生在圆盘的中心并沿着加载方向扩展的情况。然而, 天然岩石非均质性和各向异性显著, 特别是层状岩石。因此, 本文中巴西劈裂抗拉强度仅用于比较和估算层状岩石的抗拉强度。本次巴西劈裂实验在中国石油大学 (北京) 岩石力学实验室的 TRA-1 500 高温高压岩石流变仪上进行 (图 2j)。采用位移控制加载模式, 加载速率为 0.04 mm/min。

3 砂-泥薄互层岩石力学性质差异

3.1 矿物分布特征

SEM-EDS 方法可精细识别岩石矿物类型并直观展示矿物分布特征, 典型压痕区域的矿物分布特征如图 4 所示。可以发现砂岩和泥岩的主要矿物类型一致, 主要包括石英、黏土矿物、赤铁矿和长石, 这与 XRD 矿物测试结果相同。此外, SEM-EDS 测试结果显示

砂岩和泥岩还含有白云母以及少量的有机质、方解石等。XRD 与 SEM-EDS 矿物解释结果的差异主要与岩石样品的非均质性和测试方法的原理有关。砂岩中石英、黏土矿物和长石分别占比 43.61%、45.34%、5.57% (图 4c)。相比之下, 上述矿物在泥岩中占比减少, 分别为 40.86%、30.50% 和 2.95% (图 4f)。与砂岩相比, 泥岩中的白云母矿物含量显著增加。黏土矿物 (高岭石、伊利石和蒙脱石) 和白云母矿物因其普遍具有层状结构 (如硅氧四面体层), 笔者将其归为一类, 称之为层状硅酸盐矿物。外力作用下这种层状晶体结构易于产生塑性变形和剪切滑移, 因此层状硅酸盐矿物的力学性质较弱, 常表现为延性特征。相比之下, 由于石英矿物中晶体间的紧密连结, 外力作用下易于断裂而不产生明显的变形, 力学强度一般较高, 常表现为脆性特征^[34-35]。不同测试区域的矿物特征存在显著差异。砂岩中矿物颗粒尺寸较大, 一般呈块状分布 (图 4b)。泥岩中矿物颗粒尺寸较小, 一般呈斑点状分布 (图 4e)。砂岩与泥岩之间矿物特征及分布差异与沉积环境和历史有关^[36-37]。

3.2 弹性模量、硬度和断裂韧性

纳米压痕测试中弹性模量和硬度随压入深度变化情况如图 5 所示, 可以发现杨氏模量和硬度随压入深度变化敏感, 特别是当压痕深度较小时。当压入深度小于 100 nm 时, 由于受压头尖端钝化以及测试样品表面粗糙度的影响, 测量的弹性模量和硬度数值较大^[38-39]。随着压入深度的增加, 压头载荷引起的弹塑性区域已扩展至足够大的体积, 弹性模量逐渐趋于一个稳定值, 但硬度呈现明显下降趋势。压痕硬度随压入深度的减小而增加的现象称之为压痕尺寸效应 (Indentation Size Effect, ISE)^[40-41]。当压入深度达到 2 000 nm 后, 硬度趋于稳定并在小范围内波动。

统计分析不同压入深度下砂岩和泥岩的弹性模量和硬度分布, 如图 6 所示。可以发现砂岩和泥岩的弹性模量随压入深度的增加几乎不发生变化 (图 6a、图 6c), 而硬度则随压入深度的增加下降明显 (图 6b、图 6d), 特别是当压入深度较浅时 (< 2 000 nm)。通常采用较大的压入深度减小样品表面粗糙度和压痕尺寸效应对纳米压痕测试精度的影响^[27-28]。当压入深度超过 2 000 nm 后, 弹性模量和硬度达到稳定数值。因此, 采用平均统计法计算 2 000~3 000 nm 范围内的弹性模量和硬度作为测试结果。

砂岩和泥岩的弹性模量、硬度和断裂韧性分布如图 7 所示。可以发现砂岩的力学强度较高, 弹性模量为 38.6~62.9 GPa, 硬度为 0.72~2.33 GPa, 断裂韧性为 2.9~7.4 MPa·m^{0.5}; 而泥岩的力学强度较低, 弹性

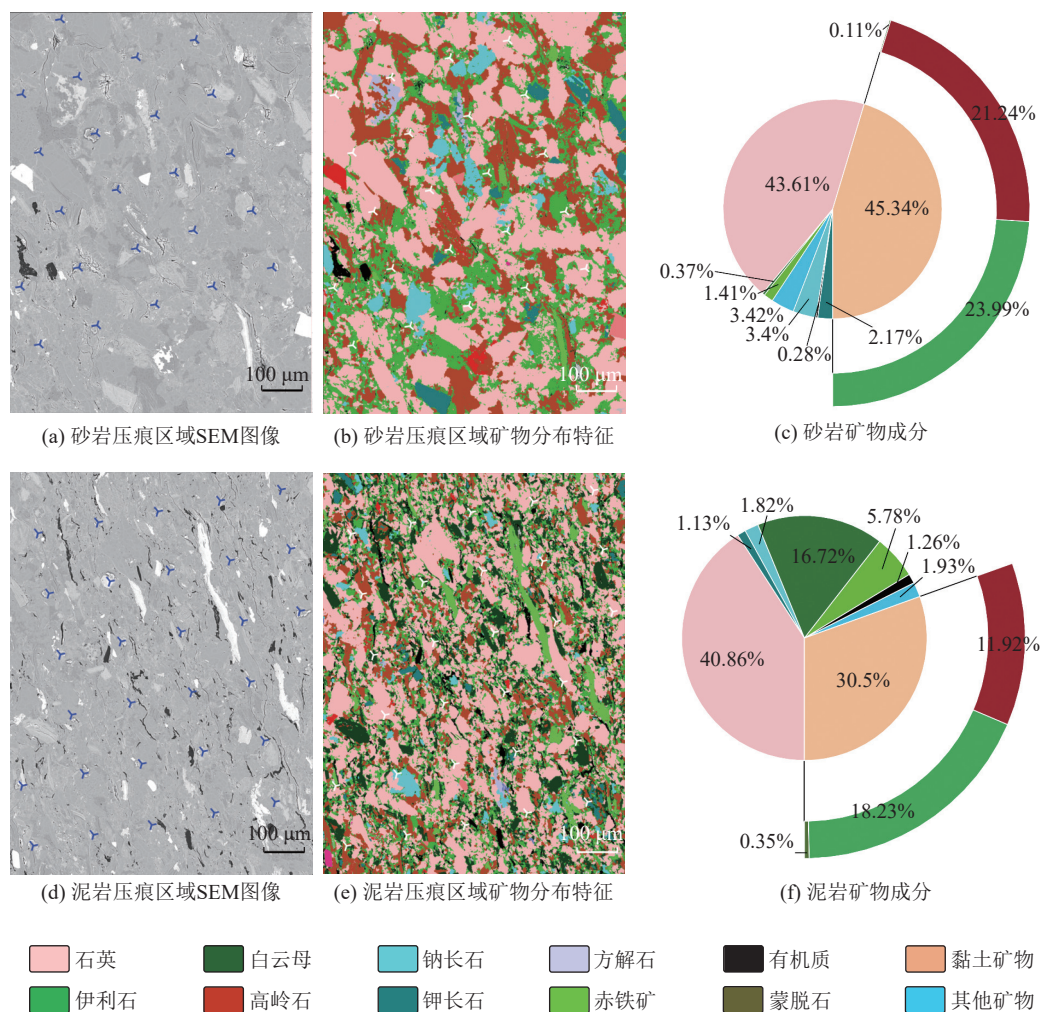


Fig.4 Mineral distribution of typical indentation regions within sandstone and mudstone samples

模量为 40.8~51.8 GPa, 硬度为 0.86~1.93 GPa, 断裂韧性为 3.2~6.7 MPa·m^{0.5}。砂岩和泥岩的力学参数的分布符合 Weibull 分布。总体而言, 砂岩的平均弹性模量为 51.4 GPa, 平均硬度为 1.74 GPa, 平均断裂韧性为 5.4 MPa·m^{0.5}, 分别是泥岩的 1.10(46.8 GPa)、1.14(1.53 GPa) 和 1.10 倍 (4.9 MPa·m^{0.5})。此外, 不同压痕点的力学性质存在较大差异, 采用变异系数 (标准差与平均值的比值, 无量纲) 评价力学性质分布的离散程度。发现砂岩的弹性模量、硬度和断裂韧性的变异系数分别为 35.0%、77.1% 和 50.5%, 均高于泥岩 (弹性模量、硬度和断裂韧性的变异系数分别为 22.6%、64.7% 和 44.2%), 说明砂岩的力学性质分布离散性较大, 相应的力学非均质性更强。以上点矩阵纳米压痕测试结果表明砂岩的弹性模量、硬度和断裂韧性均高于泥岩, 说明相同条件下砂岩抵抗变形、断裂和破坏的能力较强。

岩石的弹性模量和硬度、断裂韧性存在明显的关联性, 如图 8 所示。可以发现硬度随弹性模量呈线性

比例增加 (图 8a、图 8c), 相似的现象同样存在于纳米复合材料、生物材料等^[42-44]。硬度与弹性模量的比值 (拟合直线的斜率) 可用于评价材料的弹性或塑性变形响应, 定义为弹性指数。当弹性指数较大时说明材料以可恢复的弹性变形为主。相反, 当弹性指数较小时则说明材料以不可逆的塑性变形为主^[43-45]。砂-泥薄互层取心岩石中砂岩和泥岩的弹性指数分别为 0.0346 和 0.0338, 表明从砂岩层到泥岩层, 塑性变形略有增强。此外, 岩石的断裂韧性也与弹性模量呈正相关关系 (图 8b、图 8d), 这是因为弹性模量较高的材料通常较硬, 从而导致较高的抵抗断裂能力。砂岩和泥岩中断裂韧性与弹性模量拟合直线的斜率几乎相等, 分别为 0.1064 和 0.1063。因此, 可通过岩石的弹性模量直接估算断裂韧性, 从而避免了复杂的计算和测试过程。

3.3 典型矿物压痕形貌

纳米压痕测试过程中, 随着压头位移的增加测试样品表面产生了不可逆塑性变形和微裂纹, 可以通过

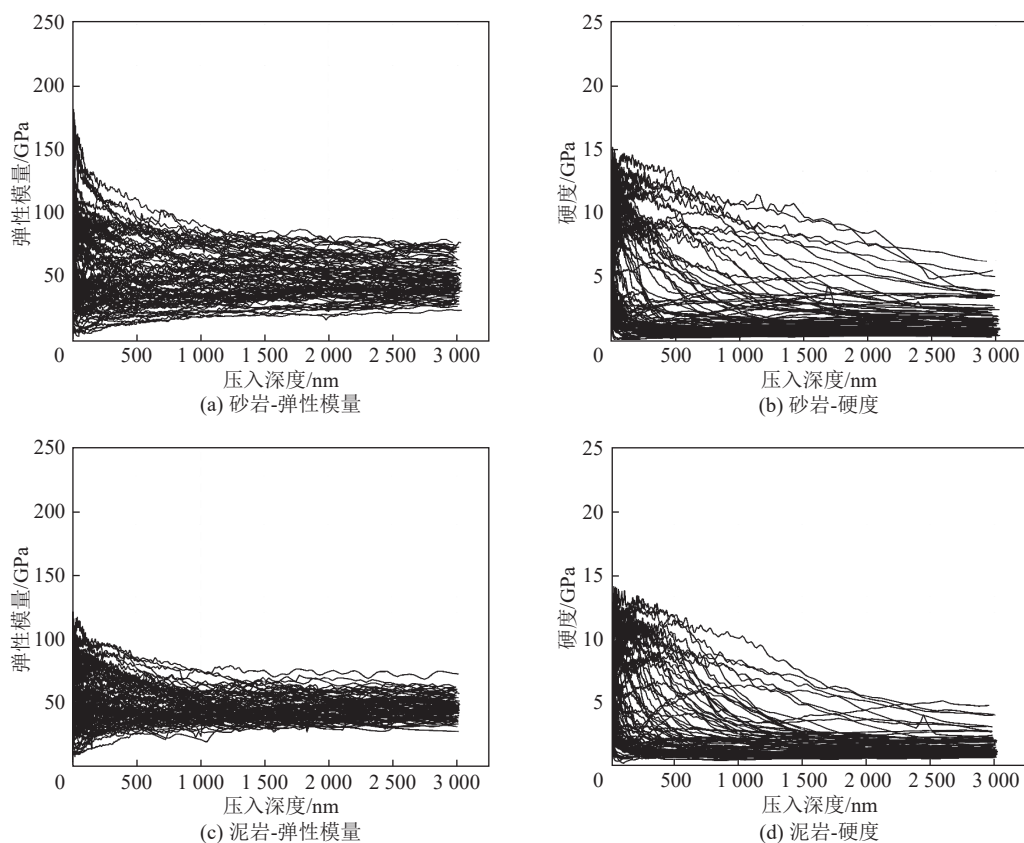


图5 砂岩与泥岩弹性模量/硬度-压入深度曲线

Fig.5 Young's modulus/hardness-indentation depth curves of sandstone and mudstone samples

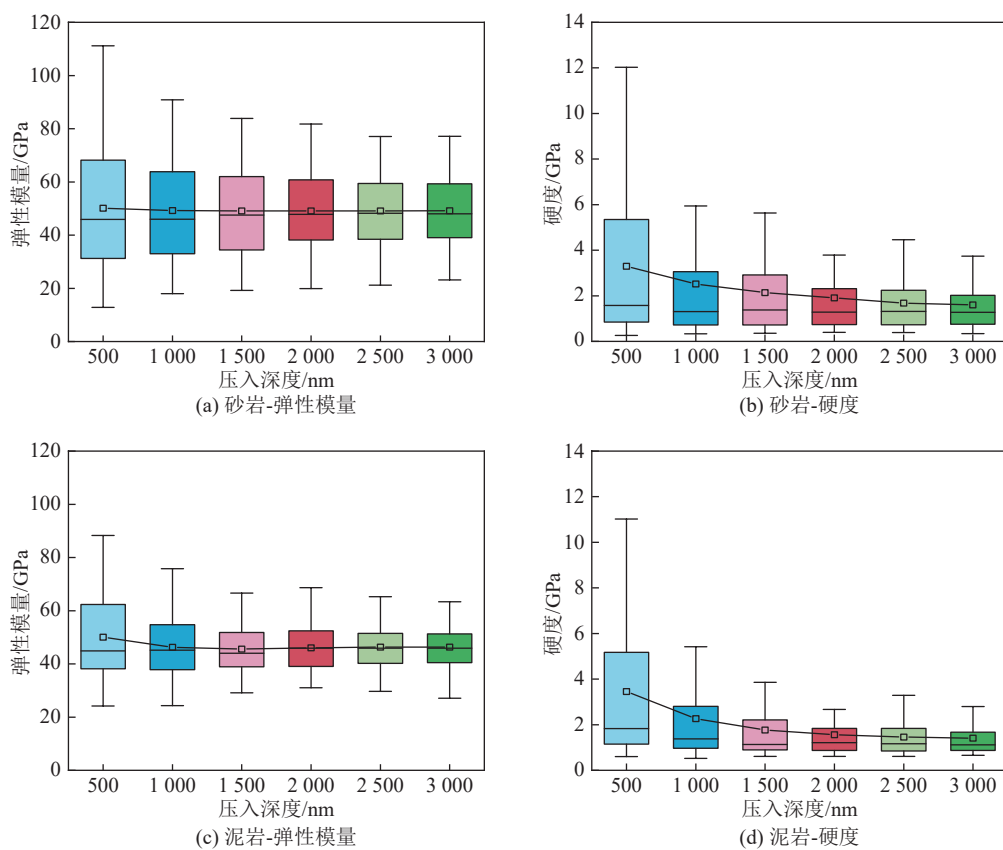


图6 不同压入深度下砂岩与泥岩弹性模量/硬度变化

Fig.6 Variation of Young's modulus/hardness under different indentation depths for sandstone and mudstone samples

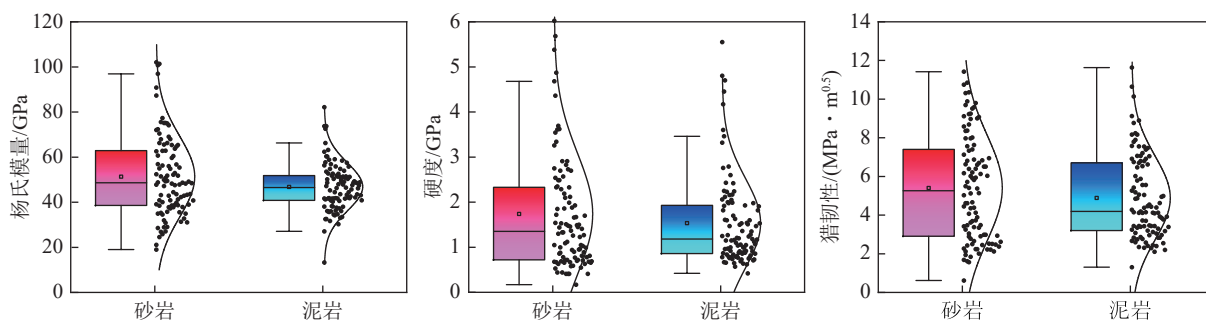
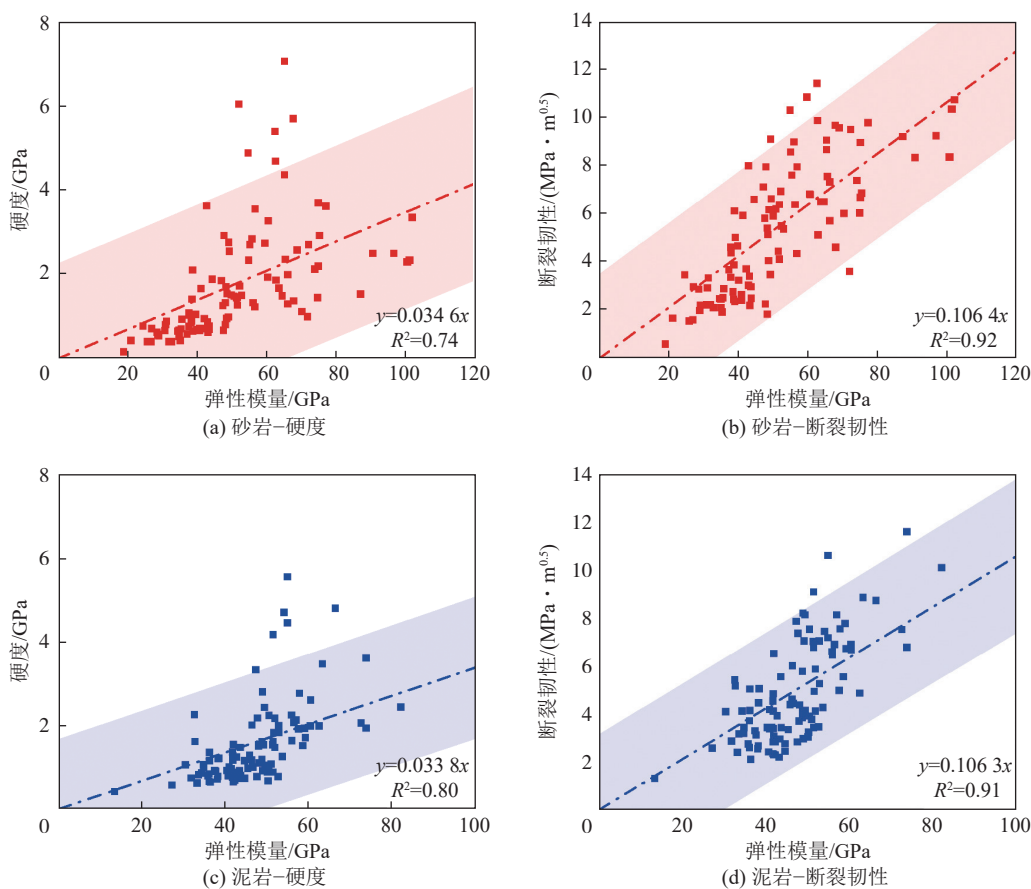


图7 砂岩与泥岩力学性质分布

Fig.7 Distribution of mechanical properties for sandstone and mudstone samples



注：红色、粉色条带代表95%预测置信区间

图8 弹性模量-硬度/断裂韧性关系

Fig.8 Relationships between Young's modulus and hardness/fracture toughness

SEM-EDS 技术准确识别矿物的压痕形貌特征 (图 9)。由于点矩阵纳米压痕测试中压痕矩阵间距设置以及矿物的非均匀分布, 压头可压入单一矿物内部或同时压入多个矿物 (矿物间)。因此, 本文将矿物的压痕形貌划分为 2 类, 分别为单矿物类型 (图 9a—图 9d、图 9i—图 9l) 和多矿物类型 (图 9e—图 9h、图 9m—图 9p)。

当压痕位于单一矿物内部时 (单矿物类型), 压痕的形状相对规则, 压痕轮廓近似为等边三角形 (图 9a—图 9d、图 9i—图 9l), 这与压痕测试中选用的

三棱锥玻式金刚石压头形状有关。不同矿物的压痕特征存在明显差异。具体来说, 石英的压痕尺寸最小, 相应的弹性模量、硬度和断裂韧性最高 (图 9a、图 9i), 其次是赤铁矿和方解石 (图 9c、图 9k、图 9l)。相比之下, 层状硅酸盐矿物 (黏土矿物和白云母) 的压痕尺寸较大, 抵抗变形和破坏的能力较弱 (图 9b、图 9d、图 9j)。由于岩石的沉积和成岩环境不同, 特定类型矿物的压痕尺寸在不同岩石中表现出不同的特征。如泥岩中石英的压痕尺寸大于砂岩 (图 9a、图 9i), 而方解石则相反 (图 9c、图 9k)。此外, 不同矿物的压痕开



注: 红色/蓝色实线方框代表单矿物压痕形貌, 红色/蓝色虚线方框代表多矿物压痕形貌。Q—石英, K—高岭石, C—方解石, I—伊利石, M—白云母, H—赤铁矿; A—钠长石。红色椭圆代表径向裂纹; 绿色矩形代表剪切裂纹; 蓝色三角形代表材料剥落; 黑色矩形代表层状结构开裂

图9 砂岩与泥岩典型矿物压痕形貌

Fig.9 Indent impressions of typical minerals for sandstone and mudstone samples

裂特征存在明显差异。当三棱锥玻式金刚石压头压入岩石表面时, 压头边角处易于产生应力集中。由于纳米压痕测试过程中脆性矿物产生的不可逆塑性变形和塑性功较小^[22], 因此易于在脆性矿物中产生沿着压痕边角延伸的径向裂纹。如石英、赤铁矿和方解石的压痕中存在较为明显的径向裂纹(图9中红色椭圆表示), 这些径向裂纹的延伸长度往往与矿物的力学强度成正相关(石英>赤铁矿>方解石)。当压头卸载时, 由于压痕边角处严重的应力集中现象, 压痕的侧面往往比边角处产生更多的弹性恢复变形, 这种压痕

边角与压痕侧面的不均匀弹性恢复变形导致在压痕边界附近产生剪切裂纹^[46], 如石英矿物压痕(图9中绿色矩形表示)。此外, 可以观察到矿物压痕周围存在材料剥落现象(图9中蓝色三角形表示), 这种材料剥落往往与矿物内部多组分或微观结构之间的结合强度有关。例如, 高岭石是由氢键连结的硅氧四面体层和铝氧八面体层交替排列的层状硅酸盐矿物, 荷载作用下其层状结构会产生压实和滑移, 部分层状结构会因胶结作用弱而产生开裂(图9中黑色矩形表示), 严重的将会形成材料剥落。

当压痕同时压入不同矿物内部时(多矿物类型),由于相邻矿物之间的力学性质的变化,压痕倾向于向力学强度低的软矿物一侧压入,产生不规则形状的压痕(图 9e—图 9h、图 9m—图 9p)。具体来说,当压头同时压入石英和高岭石矿物,由于石英的弹性模量、硬度和断裂韧性高于高岭石,高岭石在相同载荷下产生较大的变形(图 9e—图 9f、图 9m—图 9n)。因此,高岭石一侧压痕的长度较大。在压痕矿物边界附近易出现开裂,这与软、硬矿物相的应力集中和不均匀变形有关。

综上所述,载荷和压头形状决定了压痕形貌和开裂模式,矿物的压痕形貌反映了矿物抵抗变形和断裂的能力。石英具有较强的脆性,抗变形性和化学稳定性较强,三棱锥玻式金刚石压头作用下易产生径向裂纹和剪切裂纹,压痕侧面弹性恢复变形明显;赤铁矿和方解石具有一定的脆性,弹性恢复变形较弱、径向裂纹和剪切裂纹数量/长度减少。相比之下,层状硅酸盐矿物具有较强的延性,力学强度较弱且化学稳定性差,材料剥落特征明显。由于砂岩层中石英、赤铁矿和方解石等脆性矿物含量高于泥岩层,因此弹性模量、硬度、断裂韧性均较高。多矿物压痕是上述单矿物压痕的综合响应,其力学性质主要受软矿物相影响^[47]。这为宏观上层状岩石的强度和变形行为主要取决于软层提供了证据^[48-49]。不同矿物间的压痕形貌表现出不同的特征,揭示了砂-泥薄互层取心岩石在矿物尺度上(微米至毫米级)具有较强的非均质性。

4 不同倾角下砂-泥薄互层岩石巴西劈裂实验

4.1 巴西劈裂抗拉强度

由于取心砂-泥薄互层岩石中泥岩的力学性质较弱,这种泥质薄夹层可认为是具有一定厚度的弱结构面,其在宏观上将显著影响砂-泥薄互层岩石的力学性质和断裂破坏形式。鉴于研究区地层倾角自西向东不断变化,分析不同倾角下砂-泥薄互层岩石巴西劈裂抗拉强度和断裂破坏形式,对于揭示薄互层岩石的各向异性特征,进而阐明薄互层裂缝起裂和裂缝扩展机理至关重要。

不同倾角下砂-泥薄互层岩石的抗拉强度如图 10 所示。可以发现同一倾角下砂-泥薄互层岩石的抗拉强度具有一定的离散性,这与岩石组分及裂隙发育程度有关,反映了岩石的非均质性。当倾角为 0°时,平均抗拉强度最大,为 7.82 MPa;与 0°倾角相比,30°和 45°倾角时抗拉强度发生骤降,平均抗拉强度分别降低 19.95% 和 52.43%。随着倾角的进一步增加,平均抗拉强度缓慢降低;当倾角为 90°时平均抗拉强度最

小,为 2.04 MPa。采用各向异性指数衡量砂-泥薄互层岩石巴西劈裂抗拉强度的各向异性特征,定义为最大的平均抗拉强度与最小的平均抗拉强度之比。可以发现研究区下石盒子组砂-泥薄互层岩石抗拉强度各向异性指数为 3.83,显著高于常规层理岩石(如煤、页岩、片麻岩等,各向异性指数通常小于 3^[11]),说明砂-泥薄互层岩石各向异性特征显著。

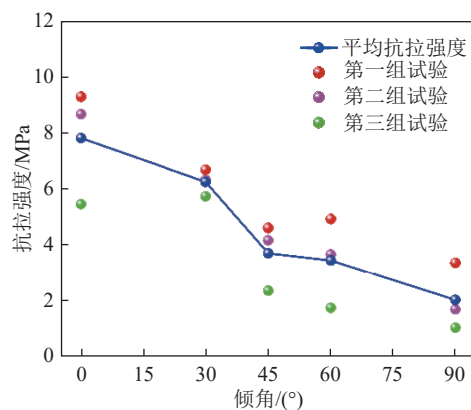


图 10 不同倾角下砂-泥薄互层岩石抗拉强度

Fig.10 Tensile strength of thinly sandstone-mudstone interbedded rocks at different inclination angles

4.2 巴西劈裂断裂形式

不同倾角下砂-泥薄互层岩石断裂破坏模式如图 11 所示。试件的断裂破坏模式可分为以下 3 种类型:①当倾角为 0°时,砂-泥薄互层岩石的破坏由砂岩基质和泥质夹层/弱面共同控制且以基质为主,抗拉强度最大,裂纹沿加载轴线垂直于夹层/弱面扩展。由于泥质夹层力学强度低,部分试样中发生夹层/弱面破坏,最终形成拉伸主导的破坏。此时的抗拉强度可视为砂-泥薄互层岩石的整体抗拉强度。②当倾角为 30°、45°、60°时,砂-泥薄互层岩石的破坏由砂岩基质和泥质夹层/弱面共同控制且以夹层/弱面为主,试件易于沿着夹层/弱面产生剪切破坏,且裂缝偏离加载轴线扩展。当倾角为 30°和 45°时,裂缝迂曲度较大且偏向于弱面扩展,最终形成拉-剪混合破坏。因此,抗拉强度显著降低。当倾角为 60°时,裂纹易于沿夹层/弱面扩展且产生的裂缝较为平滑,剪切破坏占主导地位,抗拉强度继续降低。③当倾角为 90°时,砂-泥薄互层岩石的破坏由泥质夹层/弱面控制,泥质夹层/弱面与加载轴线平行,沿试件中心的夹层/弱面处发生拉伸破坏,因此抗拉强度最小。此时的抗拉强度可视为砂岩与泥岩胶结面或泥质夹层的抗拉强度。

不同倾角下砂-泥薄互层岩石的巴西劈裂破坏模式本质上是砂岩和泥岩力学特性的具体表现。砂岩和泥岩由于矿物类型和分布的不同,其力学性质存在

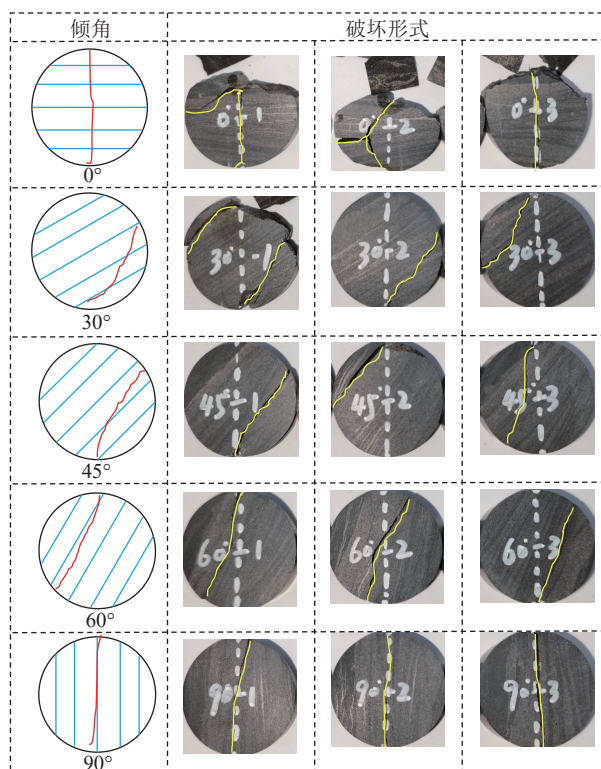


图 11 不同倾角下砂-泥薄互层岩石断裂破坏形式

Fig.11 Fracture patterns of thinly sandstone-mudstone interbedded rocks at different inclination angles

一定差异。软矿物含量较高、力学强度较低的泥岩在相同应力下会产生较大的变形,导致其优先产生破坏。这种泥质夹层/弱面的存在降低了砂岩的力学强度。通常,层状岩石的力学性质介于软层和硬层岩石力学性质之间,主要受软层岩石性质的影响(如力学性质、层厚等)^[50]。较大倾角下,砂岩与泥质夹层/弱面处易于产生剪切滑移,进而产生沿夹层/弱面发生剪切破坏。因此,泥质夹层/弱面和倾角对砂-泥薄互层岩石的抗拉强度和破坏模式有较大影响。倾角从 0°到 90°的变化过程是砂-泥薄互层岩石的破坏模式由拉伸主导-剪切主导-拉伸主导的转变过程。

5 讨 论

测量储层取心岩石力学性质是水力压裂泵注程序设计与优化的基础。点矩阵纳米压痕 SEM-EDS 技术为评估岩石矿物特征和力学性质提供了一种直观、便捷的方法,无需大尺寸岩样和复杂的取心过程。本文通过点矩阵压痕测试对比了砂-泥薄互层岩石不同小层的力学性质差异,结合 SEM-EDS 技术直观展示了不同小层的矿物特征、压痕形貌与开裂模式的差异,从矿物尺度上揭示了岩石的矿物组成、空间分布、微观结构以及沉积成岩环境是影响薄互层岩石力学性质差异及其非均质性的重要因素。砂-泥薄互层取心

岩石不同倾角巴西劈裂实验结果表明:倾角、夹层/弱面结构是影响薄互层岩石力学性质和断裂破坏形式的重要因素。水力裂缝在夹层/弱面处可形成穿层缝、钝化缝、偏转缝等多种裂缝形态^[9-51]。研究区地层具有一定倾角(1°~23°),水力裂缝在倾斜砂-泥薄互层裂缝易于发生偏转,进而形成复杂的裂缝形态,增加了裂缝预测与控制的难度。

薄互层水力压裂设计中,控制裂缝高度和保持裂缝高导流能力是实现致密气商业化开发的前提。不同层之间的矿物组成和力学差异将会影响裂缝扩展形态和支撑剂充填效果。脆性矿物的含量是评价储层可压性的重要指标。通常,石英、长石为主要的脆性矿物,碳酸盐矿物(方解石和白云石)脆性较低,黏土矿物为延性矿物^[52-53]。脆性矿物含量越高,压裂时储层易于形成网状裂缝^[54]。本文研究结果表明,研究区砂-泥薄互层取心岩石中除石英、碳酸盐矿物外,赤铁矿同样具有较强的脆性特征,而白云母具有较强的延性特征,这为研究区下石盒子组薄互层基于脆性矿物含量的可压性评估提供了选择依据,即脆性矿物应重点考虑石英、长石、赤铁矿和碳酸盐矿物。再者,岩石的弹性模量是影响净压力和裂缝宽度的重要因素,水力裂缝易于从高弹性模量层(砂岩层)向低弹性模量层(泥岩层)扩展^[55-56]。因此,薄互层水力压裂设计中应优化射孔层位和泵注参数,达到薄互层一体化穿层压裂或控缝高压裂的目的。此外,岩石的硬度是影响支撑剂嵌入和裂缝导流能力的重要因素。由于岩石矿物的随机分布和非均匀的力学响应,原位应力条件下支撑剂嵌入模式复杂。本文典型矿物的压痕形貌及开裂模式为建立支撑剂嵌入模型和优化支撑剂组合类型提供了基础认识。

6 结 论

1) 矿物组成及其力学性质差异是导致砂-泥薄互层岩石层间地质力学差异的重要因素。与泥岩层相比,砂岩层以大尺寸矿物颗粒为主,石英、长石、赤铁矿和方解石等脆性矿物含量较高,力学强度较大,平均弹性模量为 51.4 GPa,平均硬度为 1.74 GPa,平均断裂韧性为 5.4 MPa·m^{0.5},分别是泥岩的 1.10、1.14、1.10 倍。

2) 不同矿物压痕形貌及开裂模式差异从矿物尺度上揭示了砂-泥薄互层取心岩石的非均质性。三棱锥玻式金刚石压头条件下单矿物压痕近似呈等边三角形;多矿物压痕主要受软矿物影响,易于向软矿物相一侧压入,因此产生了不规则的压痕形状。石英、赤铁矿/方解石、层状硅酸盐矿物的压痕尺寸依次增

大。脆性矿物压痕易于产生剪切裂纹和径向裂纹, 延性矿物压痕易于产生材料剥落。

3) 夹层/弱面和倾角对砂-泥薄互层取心岩石巴西劈裂抗拉强度和破坏模式影响显著。随倾角增加, 砂-泥薄互层岩石巴西劈裂抗拉强度逐渐降低, 破坏易于沿着夹层/弱面产生。倾角从 $0^{\circ} \sim 90^{\circ}$ 的变化过程是砂-泥薄互层岩石的破坏模式由拉伸主导-剪切主导-拉伸主导的转变过程。研究成果揭示了鄂尔多斯盆地东缘下石盒子组砂-泥薄互层岩石具有明显的非均质性和各向异性, 可为薄互层多尺度地质力学建模和水力压裂参数优化设计提供可靠力学参数和机理认识。

参考文献(References):

- [1] 贾爱林, 位云生, 郭智, 等. 中国致密砂岩气开发现状与前景展望[J]. 天然气工业, 2022, 42(1): 83–92.
JIA Ailin, WEI Yunsheng, GUO Zhi, et al. Development status and prospect of tight sandstone gas in China[J]. *Natural Gas Industry*, 2022, 42(1): 83–92.
- [2] 王子轶, 刘彦成, 林利明, 等. 鄂尔多斯盆地东缘上古生界致密砂岩有效气源岩下限与储层分级评价[J]. 天然气地球科学, 2023, 34(10): 1710–1725.
WANG Ziyi, LIU Yancheng, LIN Liming, et al. Lower limits of effective gas source rock and reservoir grading evaluation of tight sandstone in the Upper Paleozoic in the northeastern margin of the Ordos Basin[J]. *Natural Gas Geoscience*, 2023, 34(10): 1710–1725.
- [3] 汪海阁, 周波. 致密砂岩气钻完井技术进展及展望[J]. 天然气工业, 2022, 42(1): 159–169.
WANG Haige, ZHOU Bo. Progress and prospect of tight sandstone gas well drilling and completion technologies[J]. *Natural Gas Industry*, 2022, 42(1): 159–169.
- [4] 米立军, 朱光辉. 鄂尔多斯盆地东北缘临兴—神府致密气田成藏地质特征及勘探突破[J]. 中国石油勘探, 2021, 26(3): 53–67.
MI Lijun, ZHU Guanghui. Geological characteristics and exploration breakthrough in Linxing-Shenfu tight gas field, northeastern Ordos Basin[J]. *China Petroleum Exploration*, 2021, 26(3): 53–67.
- [5] 杜佳, 朱光辉, 吴洛非, 等. 临兴地区致密气“多层系准连续”成藏模式与大气田勘探实践[J]. 天然气工业, 2021, 41(3): 58–71.
DU Jia, ZHU Guanghui, WU Luofei, et al. “Multi-series and quasi-continuous” tight gas accumulation pattern and giant gas field exploration practice in Linxing area[J]. *Natural Gas Industry*, 2021, 41(3): 58–71.
- [6] 朱光辉, 李本亮, 李忠城, 等. 鄂尔多斯盆地东缘非常规天然气勘探实践及发展方向: 以临兴—神府气田为例[J]. 中国海上油气, 2022, 34(4): 16–29, 261.
ZHU Guanghui, LI Benliang, LI Zhongcheng, et al. Practices and development trend of unconventional natural gas exploration in eastern margin of Ordos Basin: Taking Linxing-Shenfu gas field as an example[J]. *China Offshore Oil and Gas*, 2022, 34(4): 16–29, 261.
- [7] 杨帆, 梅文博, 李亮, 等. 薄互层致密砂岩水力压裂裂缝扩展特征研究[J]. 煤田地质与勘探, 2023, 51(7): 61–71.
YANG Fan, MEI Wenbo, LI Liang, et al. Propagation of hydraulic fractures in thin interbedded tight sandstones[J]. *Coal Geology & Exploration*, 2023, 51(7): 61–71.
- [8] LI J W, WU K. An efficient model for hydraulic fracture height growth considering the effect of bedding layers in unconventional shale formations[J]. *SPE Journal*, 2022, 27(6): 3740–3756.
- [9] TANG J Z, WU K, ZUO L H, et al. Investigation of rupture and slip mechanisms of hydraulic fractures in multiple-layered formations[J]. *SPE Journal*, 2019, 24(5): 2292–2307.
- [10] SONE H, ZOBACK M D. Mechanical properties of shale-gas reservoir rocks—Part 1: Static and dynamic elastic properties and anisotropy[J]. *Geophysics*, 2013, 78(5): D381–D92.
- [11] DU J T, WHITTLE A J, HU L M, et al. Characterization of meso-scale mechanical properties of Longmaxi shale using grid micro-indentation experiments[J]. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*, 2021, 13(3): 555–567.
- [12] 尹光志, 李星, 鲁俊, 等. 真三轴应力条件下层状复合岩石破坏准则[J]. 岩石力学与工程学报, 2017, 36(2): 261–269.
YIN Guangzhi, LI Xing, LU Jun, et al. A failure criterion for layered composite rock under true triaxial stress conditions[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2017, 36(2): 261–269.
- [13] 丁恩理, 刘越, 吴继敏, 等. 软硬互层状类岩石试样力学特性的三轴试验研究[J]. 地下空间与工程学报, 2020, 16(S1): 39–46.
DING Enli, LIU Yue, WU Jimin, et al. Triaxial test study on the mechanical properties of soft-hard interbedded rocklike specimens [J]. *Chinese Journal of Underground Space and Engineering*, 2020, 16(S1): 39–46.
- [14] LU J, HUANG G, GAO H, et al. Mechanical properties of layered composite coal-rock subjected to true triaxial stress[J]. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 2020, 53(9): 4117–4138.
- [15] SUO Y, CHEN Z X, RAHMAN S S, et al. Experimental study on mechanical and anisotropic properties of shale and estimation of uniaxial compressive strength[J]. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 2024, 46(1): 9811–9821.
- [16] YIN D W, CHEN S J, LIU X Q, et al. Effect of joint angle in coal on failure mechanical behaviour of roof rock-coal combined body[J]. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 2018, 51(2): 202–209.
- [17] MA Q, TAN Y L, LIU X S, et al. Effect of coal thicknesses on energy evolution characteristics of roof rock-coal-floor rock sandwich composite structure and its damage constitutive model[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2020, 198: 108086.
- [18] JARVIE D M, HILL R J, RUBLE T E, et al. Unconventional shale-gas systems: The Mississippian Barnett shale of north-central Texas as one model for thermogenic shale-gas assessment[J]. *AAPG Bulletin*, 2007, 91(4): 475–499.
- [19] LI N, ZOU Y S, ZHANG S C, et al. Rock brittleness evaluation based on energy dissipation under triaxial compression[J]. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 2019, 183: 106349.
- [20] LIU K Q, OSTADHASSAN M, BUBACH B. Applications of nano-indentation methods to estimate nanoscale mechanical properties of

- shale reservoir rocks[J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2016, 35: 1310–1319.
- [21] SHENG M, CHENG S Z, LU Z H, et al. Influence of formation *in situ* stress on mechanical heterogeneity of shale through grid nanoindentation[J]. *Petroleum Science*, 2022, 19(1): 211–219.
- [22] CHENG P, ZHANG C P, MA Z Y, et al. Experimental study of micromechanical properties alterations of shale matrix treated by ScCO_2 -Water saturation using nanoindentation tests[J]. *Energy*, 2022, 242: 122965.
- [23] YANG C, XIONG Y Q, WANG J F, et al. Mechanical characterization of shale matrix minerals using phase-positioned nanoindentation and nano-dynamic mechanical analysis[J]. *International Journal of Coal Geology*, 2020, 229: 103571.
- [24] 杜佳, 朱光辉, 李勇, 等. 鄂尔多斯盆地致密砂岩气藏勘探开发挑战与技术对策: 以临兴—神府气田为例[J]. *天然气工业*, 2022, 42(1): 114–124.
- DU Jia, ZHU Guanghui, LI Yong, et al. Exploration and development challenges and technological countermeasures for tight sandstone gas reservoirs in Ordos basin margin: A case study of Linxing-Shenfu Gas Field[J]. *Natural Gas Industry*, 2022, 42(1): 114–124.
- [25] TAVALLALI A, VERVOORT A. Failure of layered sandstone under Brazilian test conditions; Effect of micro-scale parameters on macro-scale behaviour[J]. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 2010, 43(5): 641–653.
- [26] CONG R C, YANG R Y, LI G S, et al. Geomechanical properties of thinly interbedded rocks based on micro- and macro-scale measurements[J]. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 2023, 56(8): 5657–5675.
- [27] MENK J. Uncertainties and errors in nanoindentation[M]//Nanoindentation in materials science. Rijeka; IntechOpen; InTech, 2012
- [28] JIANG W G, SU J J, FENG X Q. Effect of surface roughness on nanoindentation test of thin films[J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2008, 75(17): 4965–4972.
- [29] GB/T 23561.10-2010. 煤和岩石物理力学性质测定方法 第10部分: 煤和岩石抗拉强度测定方法 [S]. 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局;中国国家标准化管理委员会. 2010.
- [30] 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.
- [31] CHENG Y T, LI Z Y, CHENG C M. Scaling relationships for indentation measurements[J]. *Philosophical Magazine, Part A*, 2002, 82(10): 1821–1829.
- [32] 邓刘敏, 葛祥坤, 范光, 等. 基于扫描电镜-能谱仪的矿物定量分析: 以AMICS为例[J]. *世界核地质科学*, 2023, 40(1): 98–105.
- DENG Liumin, GE Xiangkun, FAN Guang, et al. Quantitative analysis of minerals based on scanning electron microscopy and energy dispersive spectrometry: A case study of AMICS[J]. *World Nuclear Geoscience*, 2023, 40(1): 98–105.
- [33] 刘晓辉, 戴峰, 刘建锋, 等. 考虑层理方向煤岩的静动巴西劈裂试验研究[J]. *岩石力学与工程学报*, 2015, 34(10): 2098–2105.
- LIU Xiaohui, DAI Feng, LIU Jianfeng, et al. Brazilian splitting tests on coal rock considering bedding direction under static and dynamic loading rate[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2015, 34(10): 2098–2105.
- [34] ZHANG L C, LI B, JIANG S, et al. Heterogeneity characterization of the lower Silurian Longmaxi marine shale in the Pengshui area, South China[J]. *International Journal of Coal Geology*, 2018, 195: 250–266.
- [35] LEHMANN P, LESHCHINSKY B, GUPTA S, et al. Clays are not created equal: How clay mineral type affects soil parameterization [J]. *Geophysical Research Letters*, 2021, 48(20): e2021GL095311.
- [36] GROVES D I, VIELREICHER R M, GOLDFARB R J, et al. Controls on the heterogeneous distribution of mineral deposits through time[J]. *Geological Society, London, Special Publications*, 2005, 248(1): 71–101.
- [37] HU S C, TAN Y L, ZHOU H, et al. Anisotropic modeling of layered rocks incorporating planes of weakness and volumetric stress[J]. *Energy Science & Engineering*, 2020, 8(3): 789–803.
- [38] ZONANA M C, RUESTES C J, BRINGA E M, et al. Effect of tip roundness on the nanoindentation of Fe crystals[J]. *Tribology Letters*, 2020, 68(2): 56.
- [39] MA X L, HIGGINS W, LIANG Z Y, et al. Exploring the origins of the indentation size effect at submicron scales[J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2021, 118(30): e2025657118.
- [40] PHARR G M, HERBERT E G, GAO Y F. The indentation size effect: A critical examination of experimental observations and mechanistic interpretations[J]. *Annual Review of Materials Research*, 2010, 40: 271–292.
- [41] VOYIADJIS G, YAGHOUBI M. Review of nanoindentation size effect: Experiments and atomistic simulation[J]. *Crystals*, 2017, 7(10): 321.
- [42] YAN C, BOR B, PLUNKETT A, et al. Nanoindentation of supercrystalline nanocomposites: Linear relationship between elastic modulus and hardness[J]. *JOM*, 2022, 74(6): 2261–2276.
- [43] LABONTE D, LENZ A K, OYEN M L. On the relationship between indentation hardness and modulus, and the damage resistance of biological materials[J]. *Acta Biomaterialia*, 2017, 57: 373–383.
- [44] SUN W J, KOTHARI S, SUN C C. The relationship among tensile strength, Young's modulus, and indentation hardness of pharmaceutical compacts[J]. *Powder Technology*, 2018, 331: 1–6.
- [45] MUSIL J, KUNC F, ZEMAN H, et al. Relationships between hardness, Young's modulus and elastic recovery in hard nanocomposite coatings[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 154(2-3): 304–313.
- [46] WU Z T, QI Z B, ZHANG D F, et al. Nanoindentation induced plastic deformation in nanocrystalline ZrN coating[J]. *Materials Letters*, 2016, 164: 120–123.
- [47] YANG R Y, CONG R C, GONG Y J, et al. Micromechanical contrast of Ordos basin sandstone-mudstone interbedded layered rocks[J]. *Journal of Geophysical Research (Solid Earth)*, 2023, 128(10): e2023JB027190.
- [48] YIN D W, CHEN S J, GE Y, et al. Mechanical properties of rock-coal bi-material samples with different lithologies under uni-

- axial loading[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 10: 322–338.
- [49] CHEN Y L, ZUO J P, LIU D J, et al. Deformation failure characteristics of coal–rock combined body under uniaxial compression: Experimental and numerical investigations[J]. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 2019, 78(5): 3449–3464.
- [50] CONG R C, YANG R Y, GONG Y J, et al. Numerical investigation of mechanical responses and failure features of coal measure strata using combined finite-discrete element method[J]. *Computers and Geotechnics*, 2024, 171: 106346.
- [51] ZHANG F, DONTSOV E, MACK M. Fully coupled simulation of a hydraulic fracture interacting with natural fractures with a hybrid discrete-continuum method[J]. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 2017, 41(13): 1430–1452.
- [52] 李一鸣, 刘达东, 冯霞, 等. 黔北地区五峰组—龙马溪组海相页岩储层非均质性特征及其控制因素[J]. *中国地质*, 2024, 51(3): 780–798.
- LI Yiming, LIU Dadong, FENG Xia, et al. Heterogeneity characteristics and its controlling factors of marine shale reservoirs from the Wufeng-Longmaxi Formation in the Northern Guizhou area[J]. *Geology in China*, 2024, 51(3): 780–798.
- [53] 段再容. 黔北地区五峰—龙马溪组岩相组合特征[J]. *四川冶金*, 2023, 45(4): 33–36, 42.
- DUAN Zairong. Lithofacies combination characteristics of Wufeng-Longmaxi Formation in northern Guizhou[J]. *Sichuan Metallurgy*, 2023, 45(4): 33–36, 42.
- [54] 舒红林, 何方雨, 李季林, 等. 四川盆地大安区块五峰组: 龙马溪组深层页岩地质特征与勘探有利区[J]. *天然气工业*, 2023, 43(6): 30–43.
- SHU Honglin, HE Fangyu, LI Jilin, et al. Geological characteristics and favorable exploration areas of Wufeng Formation-Longmaxi Formation deep shale in the Da'an Block, Sichuan Basin[J]. *Natural Gas Industry*, 2023, 43(6): 30–43.
- [55] GAO Q, GHASSEMI A. Three dimensional finite element simulations of hydraulic fracture height growth in layered formations using a coupled hydro-mechanical model[J]. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 2020, 125: 104137.
- [56] GU H R, SIEBRITS E. Effect of formation modulus contrast on hydraulic fracture height containment[J]. *SPE Production & Operations*, 2008, 23(2): 170–176.