

广西河池红层泥岩力学特性的纳米压痕试验研究

罗婷倚¹, 张清淞², 刘志彬², 唐亚森¹, 王宇婷²

(1. 广西北投公路建设投资有限公司, 广西 南宁 530029; 2. 东南大学 交通学院 岩土工程研究所, 江苏 南京 210096)

摘要: 为了系统表征广西河池地区红层泥岩中各矿物组分的力学性质,采用纳米压痕测试技术,测试了红层泥岩样品在4种峰值荷载下的力学性能,并结合X射线衍射仪和光学显微镜等设备,将每个测点结果依次对应到各矿物组分上。结果表明:广西河池地区红层泥岩内部具有高度的非均质性,主要成分以 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 为主,所含矿物组分主要包括石英、斜长石、白云母等。黏土矿物和各种矿物组分呈紧密、无规律排列。单次纳米压痕试验的泥岩荷载-压入深度曲线的离散化程度较高,但每组荷载下的12个测点的平均最大压入深度和塑性变形满足荷载越大则压痕深度越大的基本规律。当峰值荷载较小时,泥岩中各测点的弹性模量和硬度体现了良好的线性相关性。泥岩中的石英成分强度最高,力学性能最好,斜长石次之;白云母和黏土矿物的力学性能最差。同时,红层泥岩内部表现为多孔隙、多裂缝结构,导致黏土矿物的平均弹性模量低于其他类岩石的水平,这也是导致红层泥岩易开裂、遇水易崩解的原因。

关键词: 红层泥岩; 纳米压痕; 矿物组分; 峰值荷载; 微观力学特性

中图分类号: TU454; TV16

文献标识码: A

文章编号: 1672-643X(2022)06-0174-08

Nanoindentation experimental study on mechanical properties of red mudstone in Hechi, Guangxi Province

LUO Tingyi¹, ZHANG Qingsong², LIU Zhibin², TANG Yasen¹, WANG Yuting²

(1. Guangxi Beitou Highway Construction and Investment Group Co., Ltd., Nanning 530029, China; 2. Institute of Geotechnical Engineering, School of Transportation, Southeast University, Nanjing 210096, China)

Abstract: In order to systematically characterize the mechanical properties of each mineral component in the red mudstone in Hechi area, Guangxi Province, the nanoindentation technology is used to study the mechanical properties of red mudstone samples under four peak loads. According to the test results of a X-ray diffractometer, an optical microscope and other instruments, the measurement of each test point are linked with each mineral component correspondingly. The results show that the red mudstone in Hechi area of Guangxi Province has high heterogeneity, it is mainly composed of SiO_2 , Al_2O_3 and Fe_2O_3 , with quartz, plagioclase, muscovite, etc. as the main mineral components. The clay minerals and other mineral components are closely and irregularly arranged. The mudstone load-indentation depth curve of single nanoindentation test has a high degree of discretization, but the average maximum indentation depth and plastic deformation of 12 measuring points under each group of load present the same pattern, which is the greater the load, the greater the indentation depth. When the load is relatively small, the elastic modulus of each measuring point is in a good linear correlation with the hardness. The quartz in the mudstone has the highest strength and the best mechanical properties, followed by plagioclase; whereas muscovite and clay minerals have the worst mechanical properties. Because the red mudstone is characterized by porous and fractured structure, the average elastic modulus of its clay minerals is lower than that in other types of rocks, which is also the reason why the red mudstone is prone to fractures and easy to disintegrate in contact of water.

收稿日期:2021-12-21; 修回日期:2022-07-11

基金项目:国家自然科学基金项目(41877240)

作者简介:罗婷倚(1985-),女,广西南宁人,硕士,高级工程师,研究方向为公路与桥梁技术。

通讯作者:张清淞(1996-),男,江苏盐城人,博士研究生,研究方向为岩石力学。

Key words: red mudstone; nanoindentation; mineral composition; peak load; micromechanical property

1 研究背景

红层是指我国中生代以来形成的外观以红色为主的陆相碎屑沉积地层,通常是在砂岩、砾岩、页岩、泥质岩等互层条件下形成的层状岩体,因填充物或胶结物中含有氧化铁,所以外观呈红色。红层泥岩具有强度低、易风化、遇水易崩解和软化等特点。由于红层岩土特殊的工程性质而引起的路基沉降、边坡失稳、翻浆冒泥、滑坡崩塌等工程病害十分常见。

广西河池地区的红层泥岩是由多种矿物组分和黏土共同组成的非均质体,其矿物组分主要由石英、长石、方解石、云母等构成^[1]。传统测试方法往往采用的是宏观尺度下的加载试验,无法在微观尺度下对各矿物组分的力学性质进行定量化分析。且宏观试验往往缺少对于泥岩各矿物组分、颗粒之间差异性的系统分析研究^[2]。

纳米压痕测试作为一种可以在微观尺度下开展的力学测试方法,为表征广西河池红层泥岩的各矿物组分的力学参数,提供了一种全新的思路。且由于纳米压痕可在毫米级样品上进行,样品更容易得到,摆脱了传统力学测试过程中对于样品尺寸的限制^[3]。纳米压痕测试技术最早出现于 20 世纪 80 年代中期,初期用于完成对各类复合均质材料的纳米尺度力学分析^[4]。随着研究的深入,该项技术逐渐在表征各类材料的微观力学性质上表现出独特的优势。20 世纪 90 年代,由 Oliver 等^[5]和 Pharr 等^[6]提出的连续接触刚度法(continuous stiffness measurement, CSM)使研究者可以通过加载曲线推算出材料的弹性模量、硬度等力学参数,该方法为定量化表征材料的力学参数提供了可靠的手段^[7]。

随着近十年来纳米压痕技术的进一步发展,众多学者也将该技术运用到非均质材料领域,如水泥、各类岩石等。Eliyahu 等^[8]系统分析了微观矿物组分与力学性质之间的关系,建立了有机质含量与页岩力学性质间的关系式。Chen 等^[9]开展了页岩细观力学性质的研究,采用微米压入具体量化了页岩细观模量和硬度,结合量纲分析建立了提取岩石微观力学参数的方法。Ortega 等^[10]介绍了一种黏性复合材料强度均匀化方法和理论模型,并从微观尺度到宏观尺度,量化了黏土颗粒的形状和尺度。Magenet 等^[11]和 Du 等^[12]运用统计方法表征了各类岩石中松软的黏土矿物和坚硬夹杂杂物的力学性

质。Bandini 等^[13]利用纳米压痕技术对大理石内部裂隙的力学性质进行了系统地描述。Shukla 等^[14]认为纳米压痕技术有效地避免了岩石取样时对于岩样尺寸的限制,为系统表征微观力学的特性提供了一种新方法。

目前关于纳米压痕技术在岩土工程领域的应用多集中于页岩以及各类煤岩体之中,对于红层泥岩的研究较少。且试验方案多采用统计手段,力学荷载等参数的设置并不清晰,比如关于峰值荷载的选择。本文综合采用纳米压痕技术、X 射线衍射(X-ray diffraction, XRD)试验以及光学显微镜等试验手段,系统分析了泥岩中各矿物组分对其力学性能的影响。

2 广西河池地区红层泥岩组分

本研究所用泥岩的取样地点为广西省省道 S507 河池市宜州区三岔至流山公路两侧的红层泥岩边坡。首先使用荷兰帕纳科(PANalytical Axios FAST) 同时式波长色散型 X 射线荧光光谱仪对红层泥岩进行 X 射线荧光光谱分析,结果如表 1 所示。

表 1 试验红层泥岩样品的化学成分及含量

化学成分	含量/%	化学成分	含量/%
SiO ₂	64.21	Si	59.92
Al ₂ O ₃	26.56	Al	22.77
Fe ₂ O ₃	6.84	Fe	13.52
TiO ₂	0.75	K	1.35
K ₂ O	0.63	Ti	1.19
MgO	0.55	Mg	0.49
Cl	0.10	Cl	0.26
SO ₃	0.10	Ca	0.12
Na ₂ O	0.09	S	0.10
CaO	0.07	Na	0.10
P ₂ O ₅	0.05	P	0.05
NiO	0.02	Ni	0.04
CuO	0.01	Cu	0.03
ZnO	0.01	Zn	0.02
ZrO ₂	0.01	Zr	0.02
Nb ₂ O ₅	0	Nb	0.01

从表 1 可以看出,泥岩样品以 SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、K₂O、MgO 为主,其中 SiO₂ 含量最高,占 60% 以上,其次是 Al₂O₃,占 20% 以上。Al₂O₃ 为黏土矿物复杂体的基本组分和原生硅酸盐的组分,再者

是 Fe_2O_3 和 K_2O , Fe_2O_3 是影响泥岩颜色的主要成分, 所以泥岩颜色多呈现暗红色。 K_2O 主要以钾离子形态出现在黏土矿物中, 是云母类黏土矿物的组成部分。此外红层泥岩还含有 Cu、Zn、Nb 等重金属。

3 纳米压痕试验

3.1 纳米压痕试验原理

当纳米压痕的探头压入材料内部时, 根据加卸载过程中的荷载-压入深度曲线, 即可换算出泥岩的弹性模量、硬度等力学参数^[15]。在测试过程中, 纳米压痕测试系统中的压头会逐渐压入材料, 加卸载时刻压痕表面轮廓如图 1(a) 所示, 其过程对应形成了一条荷载-压入深度曲线, 如图 1(b) 所示。

假设压头施加给材料的最大荷载为 $F_{\max}$, A_c 为投影接触面积, 对于特定几何形状的压头, 投影接触面积为接触深度 h_c (μm) 的函数。此次泥岩纳米压痕试验中采用的是 Berkovich 压头, 其投影接触面积 A_c (μm^2) 为:

$$A_c = 24.56h_c^2 \quad (1)$$

接触深度 h_c 可利用荷载-压入深度结果获得:

$$h_c = h - \varepsilon \frac{F}{S} \quad (2)$$

式中: h 为压入过程中的材料变形位移, μm ; ε 为与

压头几何形状有关的常数, 对于 Berkovich 压头, $\varepsilon = 0.75$; F 为荷载, mN ; S 为接触刚度, $\text{mN}/\mu\text{m}$ 。

压痕硬度 H_{IT} 可按照下式计算:

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_c} \quad (3)$$

折算弹性模量可以体现压头和试样的复合弹性变形, 同时可以通过折算弹性模量计算泥岩的真实弹性模量, 折算模量的计算公式为:

$$E_r = \frac{1000 \sqrt{\pi} \cdot S}{2\beta \sqrt{A_c}} \quad (4)$$

式中: E_r 为折算弹性模量, Pa ; β 为与压头形状相关的几何因子, 本次所用 Berkovich 压头的横截面为三角形, 故 $\beta = 1.034$ 。

平面应变弹性模量 E^* 的计算公式为:

$$E^* = \frac{1}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (5)$$

式中: E_i 为压头弹性模量 (钻石弹性模量为 1 141 GPa); ν_i 为压头泊松比 (钻石泊松比为 0.07)。

$$E_{IT} = E^* (1 - \nu_s^2) \quad (6)$$

式中: ν_s 为泥岩的泊松比, 典型泥岩的泊松比 $\nu_s = 0.18 \sim 0.35$, 本文中取 $\nu_s = 0.30$; E_{IT} 为泥岩的弹性模量, Pa 。

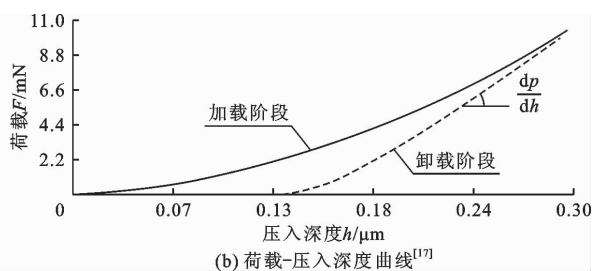
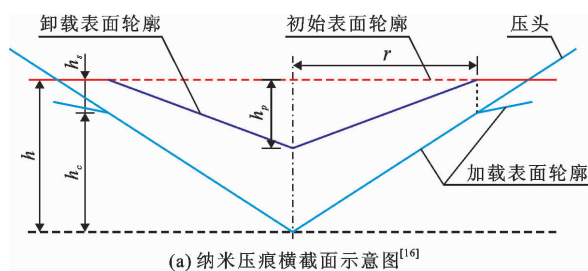


图 1 典型纳米压痕横截面及荷载-压入深度曲线示意图

3.2 纳米压痕试验方案

对大块泥岩样品进行切割, 为了避免泥岩搬运过程中的机械扰动和污染, 取 3 块内部完整小块体进行纳米压痕试验。所取泥岩为立方体, 边长大约为 15 mm。采用环氧树脂对所取泥岩立方体进行包裹, 并采用砂纸和油基金刚石抛光液对其进行打磨。经过上述步骤处理的泥岩样品表面平整度可以达到纳米压痕的试验要求^[16]。

本次纳米压痕的加载试验选取完整性较好的泥岩样品中的 $1\,800\,\mu\text{m} \times 1\,800\,\mu\text{m}$ 区域进行, 对该区域的 4 个测点群, 分别施加大小为 1、5、10 和 30 mN 的峰值荷载, 每个测点群包括 12 个测点, 每组测点之间间隔 $1\,800\,\mu\text{m}$, 并选择将各组测点布置在平整

表面的 4 个角, 避免单一位置重复试验的偶然性^[18], 纳米压痕试验的测点如图 2 所示。进行纳米压痕测试时, 加载和卸载过程中的应变速率恒定, 并且在加载完成后保载 5 s 时长, 其目的主要是为了消除“应变滞后”的现象^[19]。整个加卸载过程历时 65 s。纳米压痕试验的荷载施加过程如图 3 所示。

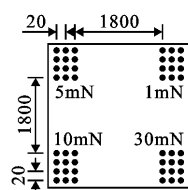


图 2 纳米压痕试验测点布置 (单位: μm)

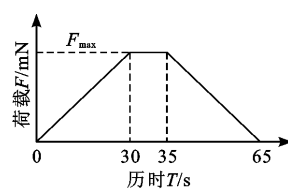


图 3 纳米压痕荷载施加方案

4 结果与分析

4.1 纳米压痕试验结果处理

图 4 为 4 种峰值荷载作用下的荷载-压入深度曲线,每条曲线对应图 2 中的 1 个纳米压痕测点。从图 4 中可以看出,不同荷载峰值、不同点位处的荷载-压入深度曲线变化趋势大致相同。在加载阶段,压头压入泥岩的深度快速增加;在荷载保持阶段,泥岩表面进一步发生蠕变变形;在卸载阶段,泥岩发生弹性变形的部分快速恢复,但仍具有相当一部分的塑性变形不可恢复。此外,还可以看出即使是在相同荷载作用下,各曲线之间的离散程度也较高。这是由本次红层泥岩样品的高度非均质性所决

定的,不同矿物组分对于单条荷载-压入深度曲线的分布具有决定性的影响。

每组荷载下的 12 个测点的平均最大压入深度和塑性变形满足荷载越大则压痕深度越大的基本规律。1、5、10、30 mN 峰值荷载下的平均最大压入深度分别为 317.84、818.10、1 486.96、2 101.53 nm,平均塑性变形分别为 290.06、764.37、1 395.77、1 981.04 nm。对于非均质的材料在使用纳米压痕方法时,采用数量较多的测点进行表征,有利于准确反映试验结果^[20]。

根据公式(1)~(6)可计算得到不同峰值荷载作用下的泥岩硬度(H_{IT})、弹性模量(E_{IT}),计算结果如表 2 所示。

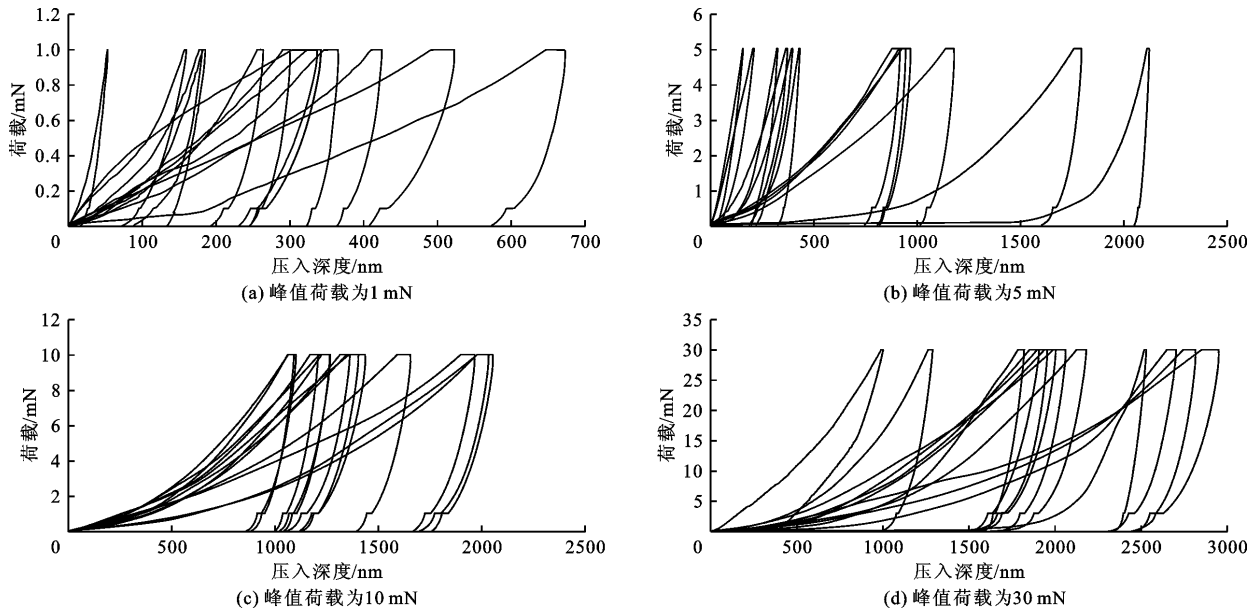


图 4 不同峰值荷载下 12 个测点的荷载-压入深度曲线

表 2 不同峰值荷载下各测点的泥岩力学参数

测点 编号	峰值荷载 1 mN		峰值荷载 5 mN		峰值荷载 10 mN		峰值荷载 30 mN	
	H_{IT} /MPa	E_{IT} /GPa	H_{IT} /MPa	E_{IT} /GPa	H_{IT} /MPa	E_{IT} /GPa	H_{IT} /MPa	E_{IT} /GPa
1	1211.57	25.24	221.30	11.63	291.20	13.55	156.79	12.10
2	1120.24	27.30	2132.94	39.77	355.93	16.02	171.41	12.01
3	1692.59	23.99	7093.58	49.69	109.66	6.03	332.82	18.01
4	10459.11	136.17	248.68	11.96	100.61	5.52	146.43	8.49
5	552.17	20.17	228.14	14.72	356.67	13.82	324.60	14.28
6	391.33	8.36	147.92	9.53	269.52	10.91	362.38	14.49
7	417.88	21.55	1105.29	36.22	234.20	9.50	270.16	13.63
8	157.69	5.10	1789.64	25.76	214.07	7.75	783.28	30.95
9	366.05	9.40	1634.81	21.65	102.47	5.71	299.57	16.23
10	217.79	12.25	12899.76	78.86	219.95	9.11	377.81	23.42
11	279.90	21.72	43.64	10.64	154.96	7.95	189.68	20.60
12	90.00	5.49	62.94	6.12	266.69	12.06	1923.72	17.90

由表 2 可以发现,各测点的弹性模量离散化程度较高,并且弹性模量的数值大小不随峰值荷载的改变而波动。不同峰值荷载下弹性模量值多集中在 10~20 GPa 之间,这说明泥岩样品中的大部分面积为力学性能较差的黏土。除此之外,还有弹性模量在 20~30 GPa 的测点 10 个,在 30~40 GPa 的测点 3 个,以及大于 40 GPa 的测点 3 个。高度离散化的弹性模量数值是由泥岩样品中不同矿物组分所反映的,在后文中将对每种矿物组分的弹性模量特征进

行详细的分析。

4.2 泥岩硬度与弹性模量的关系

由表 2 还可以看出,广西河池地区红层泥岩的硬度与弹性模量之间呈现正相关关系。图 5 为不同峰值荷载下各组测点的硬度 (H_{IT}) 与弹性模量 (E_{IT}) 关系线性拟合结果,其关系式可表达如下:

$$H_{IT} = k_1 E_{IT} \quad (7)$$

式中: k_1 为拟合常数,表示硬度与弹性模量之间线性关系的斜率。

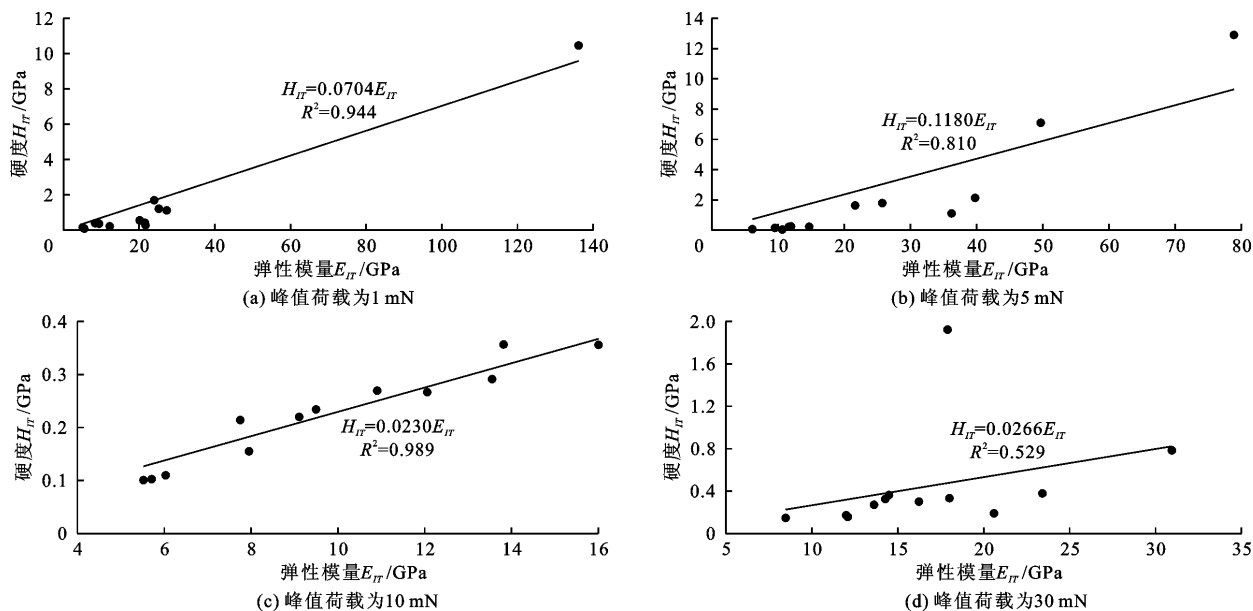


图 5 不同峰值荷载下泥岩硬度与弹性模量关系的线性拟合

由图 5(a)~5(c)可知,当峰值荷载较小时,所有测点测得的硬度与弹性模量之间基本满足关系式(7)所反映的线性关系,并且拟合程度较好。这说明该线性关系为矿物本身属性,不随峰值荷载的变化而改变。当峰值荷载分别为 1、5、10 mN 时,拟合度分别为 0.944、0.810、0.989。而在峰值荷载为 30 mN 时,线性拟合结果出现较大的偏差,主要是因为 12#测点处出现了弹性模量和硬度高度不匹配的情况。纳米压痕试验表征的是压痕压力产生的弹塑性变形区域内的力学性能^[13],峰值荷载的增大会导致相应的弹塑性变形区域的增大。本次分析的泥岩样品中孔隙、裂缝分布较多,一旦弹塑性变形区域中含有较多的微观裂隙,则纳米压痕试验不再能够准确表征该压痕处的力学性质。

4.3 基于矿物组分的力学性质分析

4.3.1 红层泥岩中的矿物组分 根据上节分析可知,广西河池地区的红层泥岩为高度非均质的多矿物组合泥岩样品。将制备好的泥岩样品放置在光学

显微镜下分别放大 100 倍和 400 倍,其影像如图 6 所示。由图 6 可以观察到,泥岩内部的黏土矿物和各类矿物组分相互交错,并紧密、无规则排列,黏土矿物为矿物组分之间的粘连部分,使泥岩整体成为一高度非均质化的矿物-黏土矿物样本。

选用布鲁克 D8 advance 型 X 射线仪进行所取试样的 XRD 测试,对泥岩中所含的各矿物组分进行定量化分析,X 射线衍射图谱如图 7 所示,表 3 为红层泥岩矿物组分定量分析结果。

表 3 中的定量分析结果表明,红层泥岩中含有的矿物质有石英(64.2%)、斜长石(19.4%)、白云母(12.2%)和伊利石(4.2%)。石英是比较稳定的矿物,作为岩石的骨架,其含量越高,岩石质地越坚硬;斜长石是一种易溶骨架颗粒,其含量偏高会降低岩石的强度;白云母则是一种分布广泛的造岩矿物,其硬度和弹性模量等力学性能在几种矿物组分中最弱,其含量的提升会对泥岩的整体稳定造成影响。

4.3.2 各矿物组分的力学性能表征 为了将本次

纳米压痕试验所获得的 48 个测点所表征的矿物成分进行准确分类,以表 4 中所给出的石英、斜长石、白云母、黏土矿物(伊利石)的弹性模量为基准,对每个测点所压部位的矿物成分进行描述。

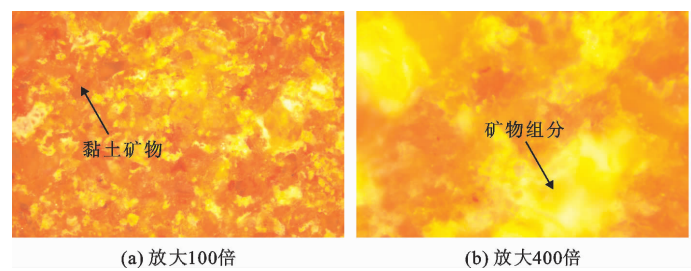


图 6 光学显微镜下的红层泥岩

表 3 红层泥岩样品的矿物组分及含量

矿物名称	石英	斜长石	白云母	伊利石
质量百分比/%	64.2	19.4	12.2	4.2

表 4 各类矿物组分的力学性能的参考数值^[21]

矿物组分	弹性模量/GPa
石英	104.2±2.3~109.4±1.4 或高于
白云母	47.8±6.1~44.2±8.3
斜长石	77.1±3.9~64.7±5.7
黏土矿物	21.2~29.8 或低于

以表 4 给出的各类矿物力学性能分布为标准,结合表 2 中的各类弹性模量统计结果可知,本次试验 48 个测点中,共有黏土矿物测点 39 个,石英测点 1 个,白云母测点 4 个,斜长石测点 1 个。下面对 4 种矿物组分的力学性能分别进行描述。

首先分析的是黏土矿物部分,其数量占 48 个测点中的大部分。这说明了在对红层泥岩样本进行随机的纳米压痕试验时,黏土矿物的表面积占样本总表面积的比例较大,远超其他矿物组分。因为样本数量较多,可利用统计箱型图和正态分布曲线,分析不同峰值荷载对黏土矿物部分的弹性模量的影响,如图 8 所示。

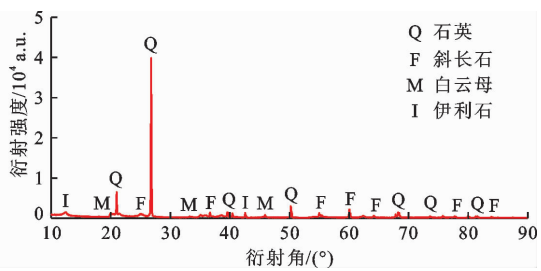


图 7 红层泥岩样品的 X 射线衍射图谱

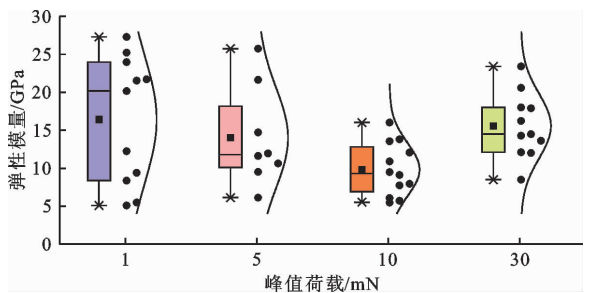


图 8 黏土矿物弹性模量统计箱型图和正态分布曲线

由图 8 中正态分布曲线可以看出,峰值荷载为 1 和 5 mN 的弹性模量分布较为离散,总体分布呈现出样品数量越多、峰值荷载越大,就越能满足正态分布的规律,这一点也符合前人研究基于“big data”纳米压痕结果的统计^[22]。观察 4 组峰值荷载下黏土矿物弹性模量的平均值,其数值大小集中在 10~15 GPa 区间,低于其他种类样本中所反映的黏土矿物弹性模量^[21-23]。导致这种现象的原因主要是红层泥岩不同于其他质地较硬的岩石,表面会产生较多的裂缝和孔隙,会对相同荷载下压头的压入深度产生影响,从而导致最终测得的力学参数减小。

再分别将具有代表性的石英、斜长石和白云母矿物的荷载-压入深度曲线单独提取出来,如图 9 所示。

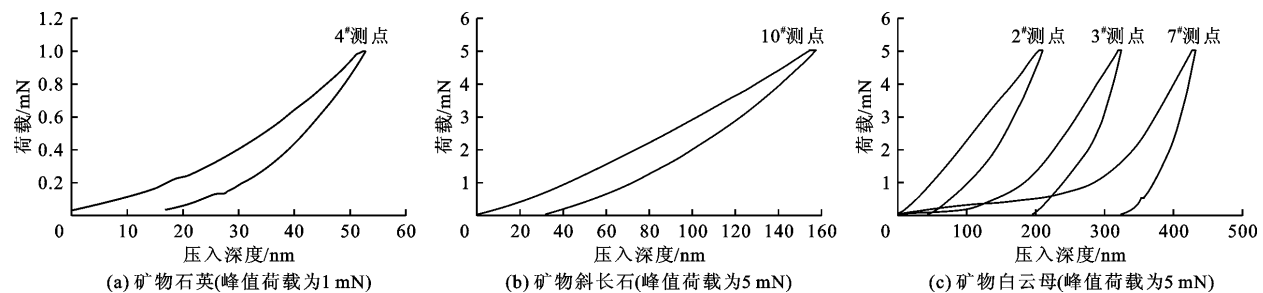


图 9 3 种矿物组分测点的荷载-压入深度曲线。

由图 9 可知,石英的加载曲线较为平滑,保载阶段较短,说明其蠕变量较小;在卸载阶段,石英的变

形量快速恢复,并且恢复量也较大,残余变形量较小,说明石英的均质性较好,力学性能稳定,并具有

较高的弹性模量和硬度。斜长石的变形曲线与石英类似,在 4 种主要的矿物组分中,其力学性能仅次于石英。白云母 3 个测点的荷载-压入深度曲线离散程度较高,加载阶段压入深度增加速率较快,且部分曲线出现了明显的凹凸转折;在卸载阶段的残余变形量较大,塑性变形明显,表明云母的质地较软,力学性能较差^[24-25]。

在本次所用的泥岩样品中,石英的弹性模量为 136.17 GPa;斜长石的弹性模量为 78.86 GPa;白云母的弹性模量为 30.95~49.69 GPa;黏土矿物的弹性模量在 5.10~27.30 GPa 范围内。综合以上 4 种泥岩矿物组分可以看出,广西河池地区红层泥岩具有显著的非均质性,不同矿物组分中的力学性能参数差异明显。

5 结 论

(1)广西河池地区的红层泥岩具有高度的非均质性,主要的化合物为 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 K_2O 、 TiO_2 、 MgO ,所含矿物组分为石英(64.2%)、斜长石(19.4%)、白云母(12.2%)和伊利石(4.2%)。黏土矿物和各种矿物组分紧密、无规律的排列,共同决定了红层泥岩的力学性质。

(2)在 4 种峰值荷载下,通过纳米压痕试验测得红层泥岩的荷载-压入深度曲线的离散化程度较高。单独测点压入深度表现出一定的无规律波动性,但每组荷载下的 12 个测点的平均最大压入深度和塑性变形满足荷载越大则压痕深度越大的基本规律。

(3)当峰值荷载较小时,泥岩中各测点的弹性模量和硬度体现了良好的线性相关性,并且不随矿物组分和最大荷载的变化而改变。随着峰值荷载的增大,纳米压痕试验表征泥岩力学性质的准确性会受影响。

(4)红层泥岩的力学性能是由其内部的各矿物组分共同决定的。泥岩中的石英成分强度最高,力学性能最佳,斜长石次之,白云母和黏土矿物的力学性能最差。同时,红层泥岩内部表现为多孔隙、多裂缝结构,导致黏土矿物的平均弹性模量低于其他类岩石的水平,这也是导致红层泥岩易开裂、遇水易崩解的原因之一。

参考文献:

- [1] 高芳芳,巫锡勇,邓 睿. 广西红层分布及其泥岩工程特性分析[J]. 地质灾害与环境保护,2017,28(2): 48-52.
- [2] 孙长伦. 泥岩细观力学特性及其遇水弱化规律研究

[D]. 徐州:中国矿业大学,2019.

- [3] 贾锁刚,万有余,王 倩,等. 页岩各向异性力学特性微观测试方法研究[J]. 地质力学学报,2021,27(1): 10-18.
- [4] KUMAR V, SONDERGELD C, CHANDRA S R. Effect of mineralogy and organic matter on mechanical properties of shale[J]. Interpretation, 2015, 3(3): 9-15.
- [5] OLIVER W C, PHARR G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology[J]. Journal of Materials Research, 2004, 19(1): 3-20.
- [6] PHARR G M, OLIVER W C. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation[J]. MRS Bulletin, 1992, 17(7): 28-33.
- [7] 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(6): 957-968.
- [8] ELIYAHU M, EMMANUEL S, DAY-STIRRAT R J, et al. Mechanical properties of organic matter in shales mapped at the nanometer scale[J]. Marine and Petroleum Geology, 2015, 59: 294-304.
- [9] CHEN Ping, HAN Qiang, MA Tianshou, et al. The mechanical properties of shale based on micro-indentation test[J]. Petroleum Exploration and Development, 2015, 42(5): 723-732.
- [10] ORTEGA J A, GATHIER B, ULM F J. Homogenization of cohesive-frictional strength properties of porous composites: Linear comparison composite approach[J]. Journal of Nanomechanics and Micromechanics, 2011, 1(1): 11-23.
- [11] MAGNET V, AUVRAY C, FRANCIUS G, et al. Determination of the matrix indentation modulus of Meuse/Haute-Marne argillite[J]. Applied Clay Science, 2011, 52(3): 266-269.
- [12] DU Jianting, LUO Shengmin, HU Liming, et al. Multi-scale mechanical properties of shales: Grid nanoindentation and statistical analytics[J]. Acta Geotechnica, 2021, 17: 339-354.
- [13] BANDINI A, BERRY P, BEMPORAD E, et al. Effects of intra-crystalline microcracks on the mechanical behavior of a marble under indentation[J]. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2012, 54: 47-55.
- [14] SHUKLA P, TANEJA S, SONDERGELD C, et al. Nanoindentation measurements on rocks[M]// PROULX T. Fracture, fatigue, failure, and damage evolution. Bethel, CT, USA: Society for Experimental Mechanics, Inc, 2015.
- [15] 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. 仪器化纳米压入试验方法通则 GB/T 22458—2008[S]. 北京: 中国标准出版社,2009.
- [16] 孙长伦,李桂臣,ELGHARIB G M,等. 基于纳米压痕技

- 术的破碎煤样力学特性实验研究[J]. 煤炭学报, 2020, 46(S2): 682–691.
- [17] ZHANG Yihuai, LEBEDEV M, AI – YASERI A, et al. Nanoscale rock mechanical property changes in heterogeneous coal after water adsorption[J]. Fuel, 2018, 218: 23–32.
- [18] BENNETT K C, BERLA L A, NIX W D, et al. Instrumented nanoindentation and 3D mechanistic modeling of a shale at multiple scales[J]. Acta Geotechnica, 2015, 10(1): 1–14.
- [19] MILLER M, BOBKO C, VANDAMME M, et al. Surface roughness criteria for cement paste nanoindentation[J]. Cement and Concrete Research, 2008, 38(4): 467–476.
- [20] UIM F J, VANDAMME M, BOKBO C, et al. Statistical indentation techniques for hydrated nanocomposites: Concrete, bone, and shale[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2010, 90(9): 2677–2692.
- [21] 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(8): 2761–2771.
- [22] LUO Shengmin, LU Yunhu, WU Yongkang, et al. Cross-scale characterization of the elasticity of shales: Statistical nanoindentation and data analytics[J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2020, 140: 103945.
- [23] WU Jun, LIU Li, DENG Yongfeng, et al. Distinguishing the effects of cementation versus density on the mechanical behavior of cement-based stabilized clays[J]. Construction and Building Materials, 2020, 271: 121571.
- [24] SU Xuexue, TANG Huiming, HUANG Lei, et al. The role of pH in red-stratum mudstone disintegration in the Three Gorges reservoir area, China, and the associated micromechanics[J]. Engineering Geology, 2020, 279: 105873.
- [25] 曹雪山, 额力素, 赖喜阳, 等. 崩解泥化过程中泥岩强度衰减因素研究[J]. 岩土工程学报, 2019, 41(10): 1936–1942.

(上接第173页)

- [12] VAKILI A H, KAEDI M, MOKHBERI M, et al. Treatment of highly dispersive clay by lignosulfonate addition and electroosmosis application[J]. Applied Clay Science, 2018, 152: 1–8.
- [13] 蒲泉, 吴道勇, 左双英, 等. 不同分散方法对贵阳红黏土分散性的影响机理[J]. 长江科学院院报, 2020, 37(8): 126–130+136.
- [14] MOHAMMADI M, CHOBBASTI A J. The effect of self-healing process on the strength increase in clay[J]. Journal of Adhesion Science and Technology, 2018, 32(16): 1750–1772.
- [15] ANDALIB G, HOUSHYAR Y, ROUSHANGAR K. Evaluation of influencing factors in outflow control and self-healing property of clay core (case study: Vanyar dam – Iran) [J]. Advance Researches in Civil Engineering, 2021, 3(2): 55–71.
- [16] ROUSHANGAR K, ALAMI M T, HOUSHYAR Y. Experimental investigation of self-healing phenomenon of clay in earth dams and its influencing factors[J]. Water and Soil Science, 2019, 29(1): 15–25.
- [17] ROUSHANGAR K, ALAMI M T, HOUSHYAR Y. Experimental investigation of bentonite impact on self-healing of clay soils[J]. Arabian Journal of Geosciences, 2020, 13(21): 1122.
- [18] 党进谦, 马晓婷, 孙仲林, 等. 分散性对心墙土料裂缝冲刷影响的试验研究[J]. 水利学报, 2012, 43(9): 1103–1107.
- [19] DANCHENKO Y, ANDRONOV V, SOPOV V, et al. Acid-basic surface properties of clay disperse fillers[C]// MATEC Web of Conferences, Kharkiv, Ukraine: 2018.
- [20] 樊恒辉, 孔令伟. 分散性土研究[M]. 北京: 中国水利水电出版社, 2012.
- [21] 国家能源局. 水电工程天然建筑材料勘察规程: NB/T 10235—2019 [S]. 北京: 中国水利水电出版社, 2020.
- [22] 中华人民共和国住房和城乡建设部, 国家市场监督管理总局. 土工试验方法标准: GB/T 50123—2019 [S]. 北京: 中国计划出版社, 2019.
- [23] 王中妮, 樊恒辉, 贺智强, 等. 分散性土改性剂对土的分散性和抗拉强度的影响[J]. 岩石力学与工程学报, 2015, 34(2): 425–432.
- [24] 张路, 杨秀娟, 樊恒辉, 等. 土样分散性综合判别方法的对比研究[J]. 水力发电学报, 2020, 39(4): 88–100.
- [25] The American Society for Testing and Material. Standard test methods for identification and classification of dispersive clay soils by the pinhole test D4647/D4647M – 13 (2020) [S]. West Conshohocken: ASTM International, 2020.
- [26] 高策, 杨秀娟, 邱维钊, 等. 仿岩溶碳酸氢钙改性分散性土的试验研究[J]. 岩土工程学报, 2021, 43(8): 1565–1572.