

# 扫描电镜分析参数对定量评价页岩微观孔隙的影响

赵日新,卢双舫,薛海涛,田善思

[中国石油大学(华东)地球科学与技术学院,山东 青岛 266580]

**摘要:**以四川盆地龙马溪组富有机质页岩为研究对象,基于氩离子束抛光结合扫描电镜表征技术,研究不同扫描电镜分析参数下页岩微观孔隙结构,并通过“最佳阈值法”提取相同视域下的孔隙定量信息来探讨改变电镜分析参数对定量评价页岩微观孔隙的影响。结果表明,电镜分析参数中电子束流和加速电压对孔隙定量信息提取的准确性影响较大;束流超过170 PA时,电压调整的越高提取出的大孔面积反而越小;电压超过15 kV时,束流较低,孔隙提取的反而更完整;当束流低于86 PA时,扫描时间越长孔隙提取的越完整,而当束流超过86 PA时,扫描时间对孔隙提取的影响不大;亮度与对比度值过低或过高都对孔隙提取不利,而当其值分别为47.5和85时孔隙提取的最完整。最终结果表明电镜分析参数对提取有机质孔隙的影响较大,且选择合适的参数可显著提高页岩微观孔隙定量数据提取的准确性,从而得到更加真实的页岩微观孔隙结构信息。

**关键词:**场发射扫描电镜;扫描电镜参数;加速电压;电子束流;微观孔隙提取;页岩;龙马溪组;四川盆地

中图分类号:TE135

文献标识码:A

## Effect of SEM parameters on quantitative evaluation of shale micropores

Zhao Rixin, Lu Shuangfang, Xue Haitao, Tian Shansi

[School of Geosciences, China University of Petroleum (East China), Qingdao, Shandong 266580, China]

**Abstract:** We studied the microscopic pore structure of the organic-rich Longmaxi Formation shale in Sichuan Basin through Argon Ion milling-Field Emission Scanning Electron Microscopy characterization with different SEM parameters, and investigated the effect of electron microscopic parameter variation on the quantitative evaluation of the microscopic pores of shale based on the pore data extracted by the “optimal threshold method” within the same field of view. The results show that the probe current and accelerating voltage among these electron microscopic parameters, have greater influence on the accuracy of quantitative pore data extraction. When the beam exceeds 170PA, the higher the voltage is adjusted to, the smaller the large pore area is extracted. When the voltage exceeds 15KV, the beam current is lower, and the pores extracted are relatively more complete; while as the beam current is lower than 86PA, the longer the scanning time is, the more completely the pore is extracted, but as it exceeds 86PA, the scanning time has little effect on pore extraction. In addition, luminance and contrast values of excessive lowness or highness are detrimental to pore extraction, and the pore extraction comes to the most complete when their values are 47.5 and 85 respectively. In conclusion, the parameters of electron microscopy have a remarkable influence on the extraction of organic pores, and the proper selection of parameters can significantly improve the accuracy of quantitative data extraction for shale micropores, in a bid to obtain more realistic data of shale micropore structure.

**Key words:** Field Emission Scanning Electron Microscopy, SEM parameter, accelerating voltage, electron beam current, micropore extraction, shale, Longmaxi Formation, Sichuan Basin

美国海相页岩气藏的成功勘探开发,展现了页岩气的巨大潜力和发展空间,同时也极大地促进了全球页岩气的勘探开发进程<sup>[1-4]</sup>。其中最显著的进展主要

表现在对页岩微观孔隙的研究已从微米级扩展到纳米级<sup>[5-10]</sup>。国内外学者通过大量的实例和数据证实页岩内部存在众多的微米与纳米级孔隙<sup>[11-13]</sup>,它们构

收稿日期:2018-03-28;修订日期:2019-06-07。

第一作者简介:赵日新(1992—),男,博士研究生,非常规油气地质。E-mail:871806358@qq.com。

通讯作者简介:薛海涛(1975—),男,教授,非常规油气地质。E-mail:sea1999101@sina.com。

基金项目:国家科技重大专项(2016ZX05007-003);国家重点基础研究发展计划(973计划)项目(2014CB239005)。

成了页岩气储层中最重要的储集空间,对天然气的赋存和渗流起到了至关重要的作用<sup>[14-15]</sup>。因此加强对页岩微观储集空间的刻画,对于理解页岩气的赋存机理,正确评估页岩气系统生产力及提高开采效率都具有十分重要的意义<sup>[16-19]</sup>。

目前页岩储层微观孔隙的表征方法主要有3种,以压汞法和气体等温吸附为主的流体注入技术;以核磁共振、计算机断层成像(CT)、小角中子散射实验为代表的非流体注入技术和以扫描电镜等微区分析为主的图像分析技术。其中以微区分析为主的图像分析技术是目前页岩气储层孔隙研究中应用较为广泛的方法之一<sup>[20]</sup>。该方法的优势在于能够直观、方便、快捷地对泥页岩中的孔隙进行观察,获取图像并进行分析,以获得泥页岩中的孔隙大小、形状、分布及颗粒的接触情况等信息<sup>[20-22]</sup>。氩离子束抛光的样品制备方法结合高分辨率场发射扫描电镜(Field Emission Scanning Electron Microscopy(FESEM))的试验方法能够保证截面的平整度与图像的高分辨率,更快速自由的对兴趣点进行深入观察,并能根据需要对一定区域进行二维或三维表征,是目前主流的图像学研究手段<sup>[23-24]</sup>。此种方法在国内外已有大量应用,如 Loucks 等<sup>[25]</sup>利用 FESEM 技术研究 Barnett 页岩,观察到大量小至 5 nm 的孔隙。Chalmers 等<sup>[26]</sup>,Loucks 等<sup>[27]</sup>分别利用 FESEM 和 FIB 技术获取了美国多套产气页岩的纳米级孔隙图像;Dewers 等<sup>[28]</sup>,Bai 等<sup>[29]</sup>分别利用 FESEM 和 FIB 技术对美国的典型页岩气储层进行了三维结构表征。但是随着页岩气储层微观孔隙研究的进一步发展,图像学定性研究已无法满足页岩气储层研究与勘探开发的需要,图像分析技术势必向定量与三维表征的方向发展,以扩展图像学研究获取的信息量与实用性。

而图像学定量研究的可信度与精确度受仪器参数的影响很大。扫描电镜实验的分析参数设置直接影响到拍摄图像的质量,同时也会对页岩孔隙结构的定性及定量分析结果产生影响<sup>[30-32]</sup>。对于扫描参数的设置,前人多是基于经验的总结<sup>[24,30-31]</sup>,很少有人结合定量分析结果来探讨扫描参数对图像分析的影响。尤其是在没有固定的提取扫描电镜微观孔隙方法的情况下,关于扫描电镜的扫描分析参数对定量提取页岩微观孔隙影响方面的研究较少。基于此,笔者选取四川盆地龙马溪组页岩样品进行截面制备并进行氩离子束抛光,在相同视域内设置不同扫描参数得到扫描电镜图片,再通过 MATLAB 软件图像处理技术及“最佳阈值法”获取页岩孔隙的孔隙数量与孔径分布等定量信息。以期通过对比不同扫描参数下得到的扫描电镜图

像和页岩孔隙的定量分析结果,探讨扫描电镜参数对提取页岩微观孔隙的影响,并为日后通过高分辨率扫描电镜定量研究页岩微观孔隙结构提供参考与借鉴。

## 1 样品和实验方法

中国南方地区广泛分布的上奥陶统五峰组一下志留统龙马溪组富有机质页岩是目前国内海相页岩气勘探和开发的主要目标层系之一<sup>[33-35]</sup>。本次研究的实验样品取自四川盆地邓探1井下志留统龙马溪组富有机质页岩。

样品的扫描电镜观察及成像处理在 SU-70 日立分析型热场发射扫描电子显微镜上完成。样品的制备及 SEM 实验均在英国杜伦大学完成。为了减少页岩表面形貌对图像的影响,同时保证页岩样品观察面的电镜照片能更好地反应出页岩的裂缝形态、孔隙、有机质及其他矿物结晶甚至充填形态,在拍摄 SEM 图像前,首先需要对页岩样品进行抛光处理。将页岩样品切割成合适的小块,选定需要抛光的截面,用不同粒度的金刚砂(6,3,1  $\mu\text{m}$ )对其表面进行打磨。然后将打磨好的页岩样品在 GATAN 691 型离子抛光仪(PIP-STIM 精密氩离子抛光系统)上用宽氩离子束(BIB)进行抛光。为了适应抛光仪的样品腔室,通过 GATAN 601 超声波圆片切割机使用一种硝酸硼的水乳胶作为锯子将样品的尺寸切割至直径为3毫米的圆盘状。将切割后的样品放入抛光仪样品腔室内,在真空状态下(10~2 Pa)用氩离子轰击6 h(角度为3°,5 kV,1~20  $\mu\text{A}$ )<sup>[36]</sup>。

考虑到页岩中的烃类流体主要集中在微孔与介孔中,为了更好地观察微小孔隙的发育特征,本次研究对抛光后的样品进行镀膜处理,以增加样品表面导电性,使得样品能在高加速电压下进行观察以增加电镜的分辨率和信噪比,且对样品表面不造成损伤。用于本文定量处理孔隙的 SEM 图像是由 SU-70 日立分析型热场发射扫描电镜的 TLD 检测器在二次电子模式下拍摄,放大倍数分别为5 000倍(每个像素点代表6.25 nm×6.25 nm的区域)和35 000倍(每个像素点代表1.8 nm×1.8 nm的区域)。在拍摄前首先要找到一个孔隙发育较好且发育的孔隙大小范围较广的区域,在同一区域固定部分扫描电镜参数不变,只改变某种参数,观察同一区域电镜图像的变化。接下来使用 MATLAB 软件的图像处理功能,分别通过阈值提取和孔隙边缘提取的方法提取出扫描电镜图像上的孔隙和孔隙边缘,建立最佳阈值判别函数,即:

$$Q_t = (S_{\text{inside}})_{\text{nor}} / \sqrt{(S_{\text{outside}}/S_{\text{inside}})_{\text{nor}}} \quad (1)$$

式中:  $(S_{\text{inside}})_{\text{nor}}$  为孔隙内部面积,  $\text{nm}^2$ , 是阈值提取出的孔隙边缘内部的面积归一化后的结果;  $(S_{\text{outside}}/S_{\text{inside}})_{\text{nor}}$  为误差函数,  $\text{nm}^2$ , 是边缘外部的面积与边缘内部面积的比值归一化后的结果;  $Q_t$  为最佳阈值判别函数, 我们认为当这个判别函数值最大时, 对应的阈值即为最佳阈值。

通过上述判别函数得到最佳阈值提取出扫描电镜孔隙的二值化图像, 然后再根据统计学方法定量分析提取出的页岩孔隙的孔径分布、孔隙面积和孔隙数量的变化来判断扫描电镜参数对页岩微观孔隙提取的影响。

## 2 结果和讨论

由于富有机质页岩具有较强的非均质性, 不同区域的孔隙存在较大差异, 为了研究不同扫描参数对提取页岩微观孔隙的影响, 本次研究选取的实验对象均为同一页岩样品, 且都是在同一拍摄区域改变扫描参数的情况下拍摄。影响图像质量的扫描参数主要包括加速电压、电子束流、扫描时间以及亮度对比度等<sup>[24,30-31]</sup>, 具体对比试验条件见表 1。笔者通过设置最佳阈值判别函数, 保证不同实验参数下的电镜图片具有相同的灰度阈值选取条件, 针对不同参数下的扫描电镜图片, 分别对孔径分布、提取出的孔隙数量及孔隙面积进行定性及定量对比分析。

表 1 扫描电镜各组试验条件  
Table 1 SEM conditions of various groups

| 实验组 | 项目  | 扫描电镜参数设置                                                   |
|-----|-----|------------------------------------------------------------|
| 1   | 可变量 | 加速电压: 5, 10, 15 kV                                         |
|     | 固定项 | 电子束流: 5.4, 21, 43, 86, 170, 340 PA; 扫描时间: 10 $\mu\text{s}$ |
| 2   | 可变量 | 电子束流: 1.3, 5.4, 21, 43, 86, 170, 340 PA                    |
|     | 固定项 | 加速电压: 5, 10, 15 kV; 扫描时间: 10 $\mu\text{s}$                 |
| 3   | 可变量 | 扫描时间: 3, 6, 20, 30, 45 $\mu\text{s}$                       |
|     | 固定项 | 电子束流: 5.4, 21, 43, 86 PA; 加速电压: 5 kV                       |
| 4   | 可变量 | 亮度: 37.5, 40, 42.5, 45, 47.5, 50, 52.5                     |
|     | 固定项 | 电子束流: 86 PA; 加速电压: 8 kV; 扫描时间: 5 $\mu\text{s}$ ; 对比度: 82.5 |
| 5   | 可变量 | 对比度: 75, 77.5, 80, 82.5, 85, 87.5, 90, 92.5                |
|     | 固定项 | 电子束流: 86 PA; 加速电压: 8 kV; 扫描时间: 5 $\mu\text{s}$ ; 亮度: 47.5  |

### 2.1 加速电压对孔隙提取的影响

加速电压是指电子枪阴阳极之间的电位差, 用于

加速电子使之具有高能量与样品作用时产生各种有用的物理信号。一般情况下高加速电压时, 入射电子能量较高, 能量分布范围较窄, 图像分辨率较高<sup>[24]</sup>。提高加速电压在可获得较短波长聚焦电子束的同时, 可激发样品更多的电子信号, 所得到的图像是样品表面形貌和内部形貌的叠加后的形貌照片; 同时也起到了提高图像清晰度的作用。但是提高加速电压也会带来一些负面影响, 如无法看到样品表面的微细结构、边缘效应、电荷累积和样品损伤等<sup>[31-32]</sup>。因此, 高的加速电压不一定意味着高的图像分辨率或更有利于孔隙的提取, 而低的加速电压也并非对测试不利。图 1a 为加速电压 15 kV, 电子束流 86 PA, 扫描时间 10  $\mu\text{s}$  的扫描电镜图片, 本次研究选取的电镜视域包含了有机质区域和无机矿物区域, 可以清晰地观察到有机孔隙和无机孔隙(图 1b, c)。图 1d 中标红区域为电荷在孔隙边缘积累产生的荷电效应现象。荷电效应现象是由于扫描电镜拍摄导电性能不佳的材料时, 由于入射电荷与出射电荷不守恒导致电荷的积聚而产生的<sup>[32,37-39]</sup>。本次研究采用的孔隙边缘提取法利用孔隙边缘产生的荷电效应作为二次电子图像识别孔隙的依据, 但是若荷电积累过多会导致阈值提取出的孔隙内部面积变小, 与真实孔隙面积产生偏差, 同时也会导致扫描电镜图像产生反差、畸变和像散等现象, 严重影响图像质量<sup>[40]</sup>。图 1e 中红色区域为利用 MATLAB 软件的图像处理功能, 通过最佳阈值分割法得到的孔隙区域, 可以看到由于图像灰度级别跳跃导致提取出的 1~2 像素点大小的误差孔隙。通过产生的误差孔隙的多少以及对较大孔隙提取的完整程度, 即可判断不同扫描电镜参数对页岩微观孔隙提取的影响。

本次研究固定探针电流和扫描时间不变, 对同一视域分别采用 5, 10, 15 kV 的加速电压拍摄, 观察图片效果。图 2a—c 为电子束流 5.4 PA、扫描时间 10  $\mu\text{s}$ 、加速电压分别为 5、10、15 kV 的扫描电镜图片。可以发现在固定低电子束流增大加速电压时, 图像的质量反而变差, 且信噪比较低。图 2d 为电子束流 86 PA、扫描时间 10  $\mu\text{s}$ 、加速电压 15 kV 的扫描电镜图片。可以发现当固定高电子束流及较大的加速电压下, 图像清晰且信噪比较高, 同时可以看到孔隙内部的形貌也可以被拍摄出来。但在固定高电子束流和高加速电压下, 孔隙边缘会产生较多的电荷积累, 导致提取出的孔隙面积明显小于原始孔隙面积。

图 3 为采用最佳阈值判别法, 提取固定扫描时间和电子束流不变, 分别用不同加速电压拍出的 SEM 灰度图中的微观孔隙, 对提取出的孔隙进行孔隙数量与

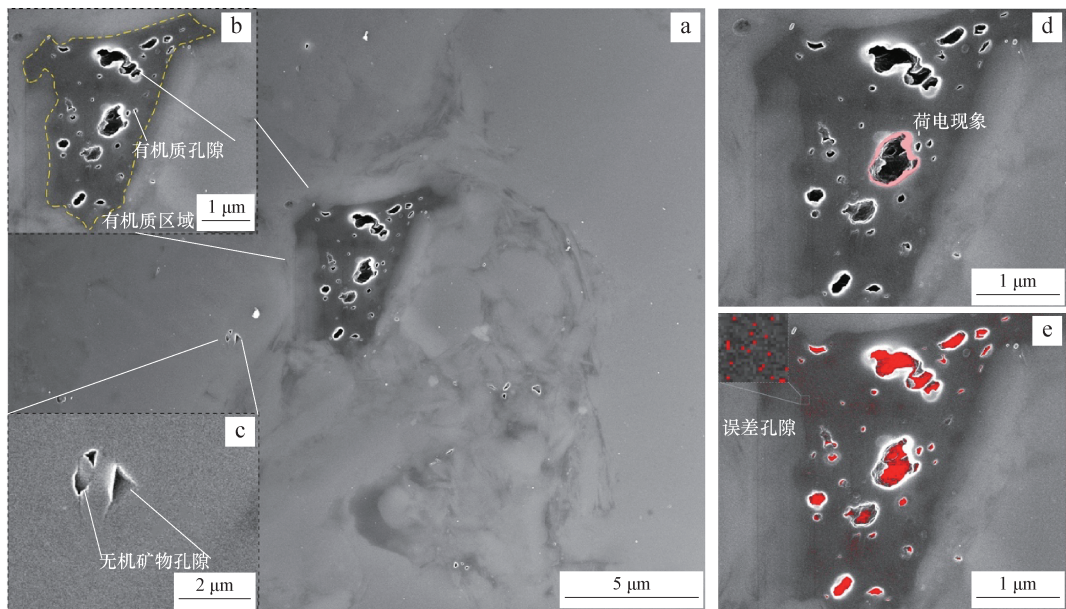


图 1 扫描电镜参数设置下的富有机质页岩相同视域下的 SEM 图像

Fig. 1 SEM images of organic-rich shale in the same visual field under different SEM parameters  
a. 加速电压 15 kV、电子束流 86 pA,扫描时间 10 μs 的 SEM 图像;b. 为有机质区域放大后图像;c. 无机矿物内孔隙放大图像;d. 标出荷电现象的区域图像;e. 通过 MATLAB 软件的图像处理功能提取孔隙的示意图像,红色为被提取区域,可以看到提取孔隙过程产生的 1~2 像素大小的误差孔隙

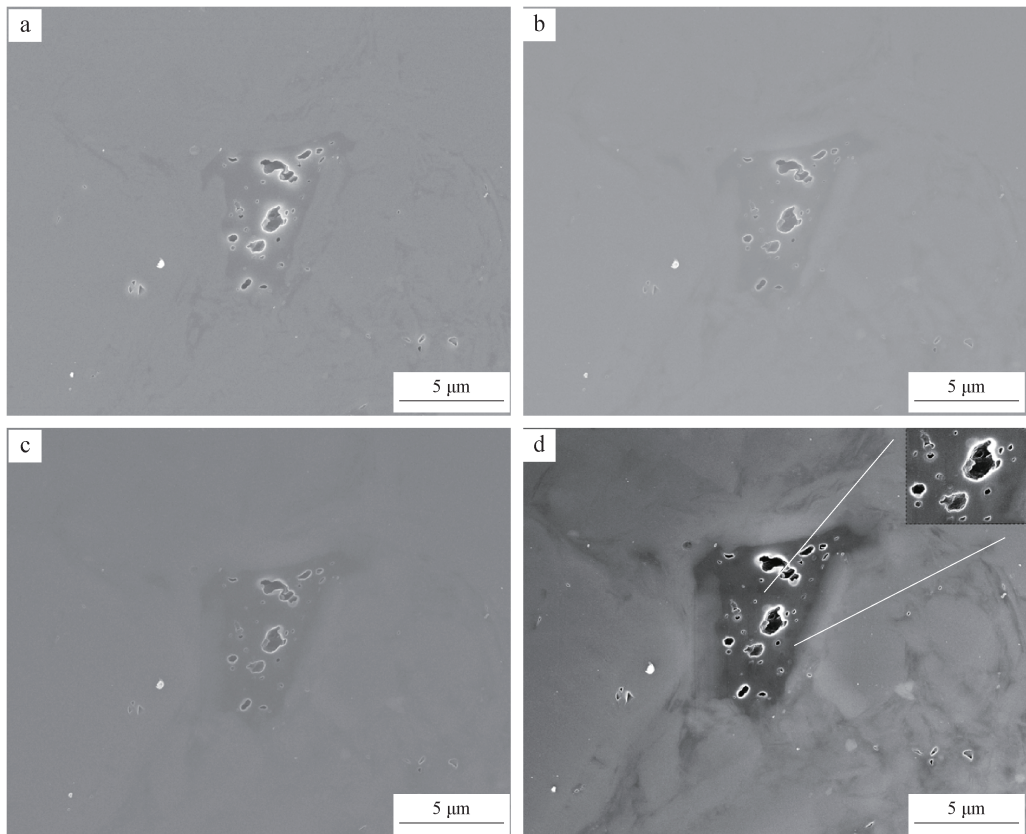


图 2 不同电子束流不同加速电压下的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig. 2 SEM images of shale micropores under different probe currents and different accelerating voltages  
a,b,c. 电子束流 5.4 pA,扫描时间 10 μs,加速电压分别为 5,10 和 15 kV 的 SEM 图像;  
d. 电子束流 86 pA,扫描时间 10 μs,加速电压 15 kV 的 SEM 图像



孔径分布定量分析,得到的定量数据对比图。通过分析可以发现当将电子束流调整的很小时,较低的加速电压下对微小孔隙的提取较为完整,但对大于 160 nm 左右的孔隙提取并不完全,导致提取出的定量数据中微小孔隙的数量和面积较大而大孔几乎没有。但当将电子束流调整的较大超过 170 PA 时,较大的加速电压提取出的误差孔隙较多且提取的大孔面积小于低加速电压下提取大孔的面积。随着电子束流的逐渐增大,加速电压的增大使得图像质量变好,对于孔隙的刻画更为精细,提取出孔隙的孔径分布更贴近原始孔隙的孔径范围,尤其是对大孔的提取逐渐完整。如图 4 中为电子束流 340 PA、扫描时间 10  $\mu$ s、加速电压 15 kV 的扫描电镜图片。可以看到当将电子束流调整的过大超过 170 PA 时,配合高的加速电压,激发出的电子信号较多,使得孔隙内部的形貌也被刻画出来,孔隙内部的灰度值变化使得大孔提取的不完整。同时大量的电荷在孔隙边缘发生堆积,导致提取出的孔隙大小发生改变,影响孔径分布结果的准确性。

根据图 3 中不同扫描参数对应的 SEM 图像提取出的孔隙数量对比直方图可以看出,当将电子束流调整的较低时,低加速电压时提取出的孔隙面积和孔隙数量较高,说明低加速电压下孔隙提取的较为完整,但是孔隙数量较多说明对于微小孔隙提取的较为完整,却将大孔提取成了多个小孔的组合,从而导致提取出的孔径分布与实际相差甚远。而逐渐将电子束流调大,高的加速电压下孔隙数量逐渐变多,这说明加速电压升高导致图像质量变好,从而导致提取出的孔隙较为完整。而提取出的孔隙面积反而随着加速电压增大呈现先减小后增大的趋势。这主要是由于加速电压逐渐增大,大孔提取逐渐完整,导致提取出的孔面积随着加速电压的增大而变大。而当电子束流超过 170 PA 时,高加速电压反而导致提取出的孔面积变小很多,证实了过大的加速电压配合高电子束流,反而不利于孔隙的提取。

## 2.2 电子束流对孔隙提取的影响

电子枪发射束流,经过聚光镜调节,会聚成更小的束斑尺寸入射到样品表面,其对应的束流称为电子束流。电子束流与束斑尺寸有着一定的关系,随着电子束流的增大,束斑尺寸明显增大,而后随着电子束流的继续增大,束斑尺寸的变化趋于平缓,两者并不呈线性关系<sup>[41-42]</sup>。图 5 为扫描时间 10  $\mu$ s、加速电压 5 kV,电子束流分别为 5.4, 21, 43, 86 PA 的扫描电镜图像。可以发现在低加速电压的情况下随着电子束流的增大,SEM 图像的质量逐渐变好,孔隙越来越清晰。同时可

以看出随着电子束流的增大,对较大孔隙内部的刻画越来越精细,且孔隙内部逐渐变亮。这主要由于有机质孔隙内部表面较为粗糙,容易产生荷电效应现象<sup>[43]</sup>,从而导致大孔提取的不完整。

图 6 为提取出的不同电子束流下拍摄的 SEM 图像中的微观孔隙定量数据对比图。由孔径分布图可以明显的看出当控制加速电压小于 10 kV 时,逐渐增大电子束流,微小孔和大孔提取的逐渐完整,尤其是对大于 80 nm 的孔隙提取的更加准确。这说明当控制加速电压不超过 10 kV 时增大电子束流对于孔隙的提取有利,但要控制电子束流不要超过 170 PA,防止荷电积累过多导致提取出的孔隙面积偏小(图 1)。当调整加速电压达到 15 kV 时,逐渐增大电子束流,提取出的孔隙的孔径分布是先变好后变差的,这主要是由于在高的加速电压下,电子束流过大会在孔隙边缘产生大量的电荷积累,导致提取出的孔面积整体偏小,孔径分布范围失真。同时当电子束流超过 170 PA 时对于较大孔隙内部的形貌也会被表现出来,这反而不利于孔隙的提取。由提取出的孔隙数量累积直方图也可以看出随着电子束流的增大,提取出的孔隙数量逐渐减少但孔隙面积反而逐渐增大,这更说明随着电子束流的增大,图像质量变好,较大的孔隙被提取出来,可以更好的反应出真实情况下的孔隙。而当加速电压过大时,电子束流超过 170 PA 的 SEM 图像提取出的孔隙数量和面积都较少,这也验证了笔者对孔径分布变化的分析。

## 2.3 扫描时间对孔隙提取的影响

对于扫描电镜而言,由其拍摄的电镜图片都是由像素点组成的,每个像素点都可以选择不同的驻留时间,每帧图像总像素点乘以驻留时间就是每扫描一帧图像所需要的时间,这就是扫描时间又称为扫描速度。扫描时间的选择也会影响拍摄的电镜图像的质量,扫描时间越短,信号强度越弱且噪音干扰越强导致图像的分辨率就越低。延长扫描时间会使噪音相互平均而抵消,可提高信噪比增加图像的清晰度。但是扫描时间越长,电子束驻留在样品上的时间就越长,会使得材料发生变形产生假象并降低图像分辨率,同时会产生更多的荷电现象使得孔隙边缘发生变化影响孔隙提取<sup>[44]</sup>。特别是对易发生荷电现象的非导体试样或易损伤的有机样品,观察时驻留时间不可太长。图 7 为加速电压 5 kV,电子束流 21 PA 不同扫描时间下拍摄的 SEM 图像。可以明显观察到随着扫描时间的延长,图像的信噪比逐渐升高,噪音干扰逐渐减弱,图像的清晰度逐渐变好。

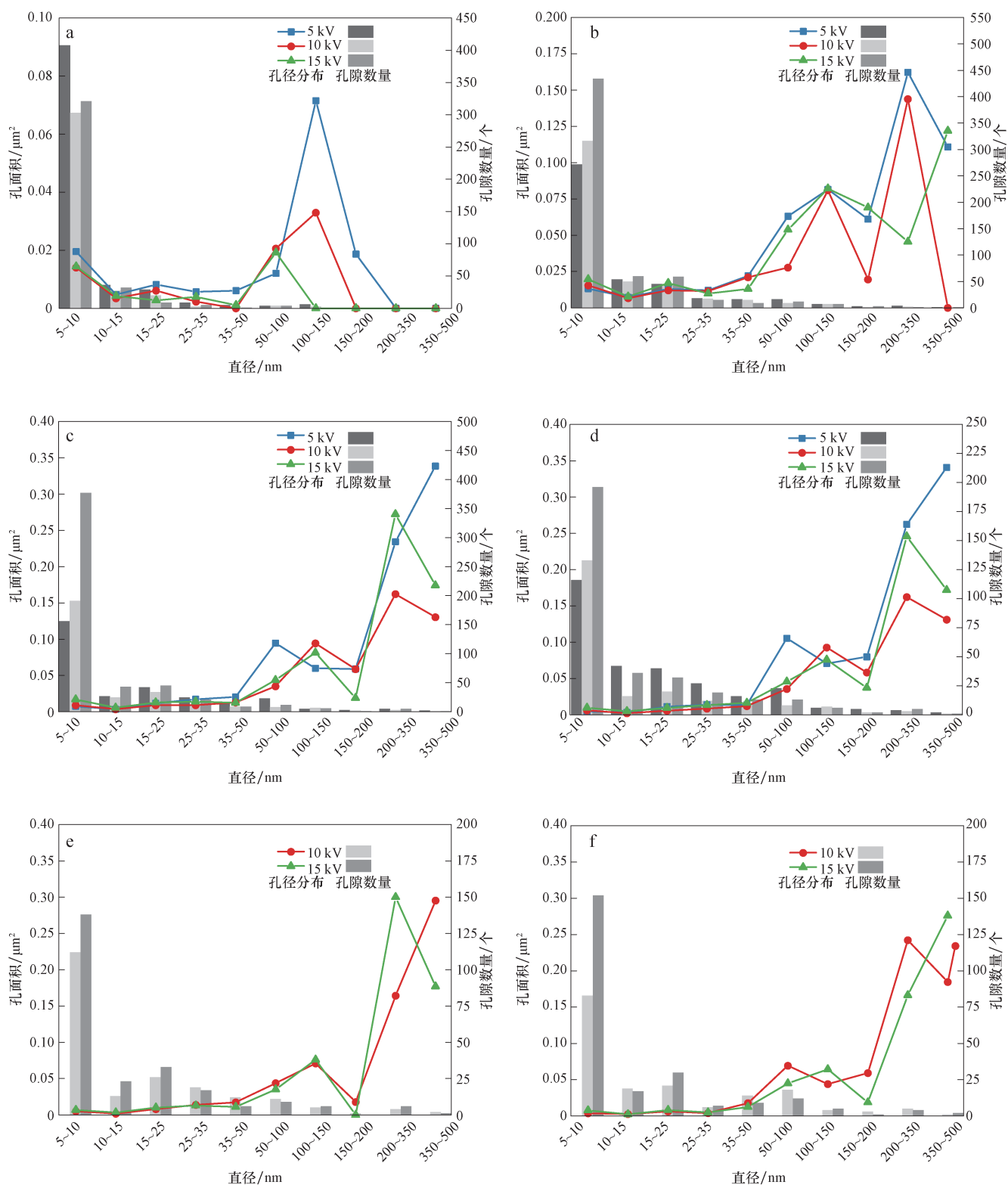


图3 不同加速电压下的 SEM 图像提取出的微观孔隙孔径分布及孔隙数量对比

Fig. 3 The pore-size distribution and pore volume comparisons of micropores extracted by SEM images under different accelerating voltages

- a. 5.4 pA 不同加速电压提取孔径分布及孔隙数量对比; b. 21 pA 不同加速电压提取孔径分布及孔隙数量对比;  
c. 43 pA 不同加速电压提取孔径分布及孔隙数量对比; d. 68 pA 不同加速电压提取孔径分布及孔隙数量对比;  
e. 170 pA 不同加速电压提取孔径分布及孔隙数量对比; f. 340 pA 不同加速电压提取孔径分布及孔隙数量对比

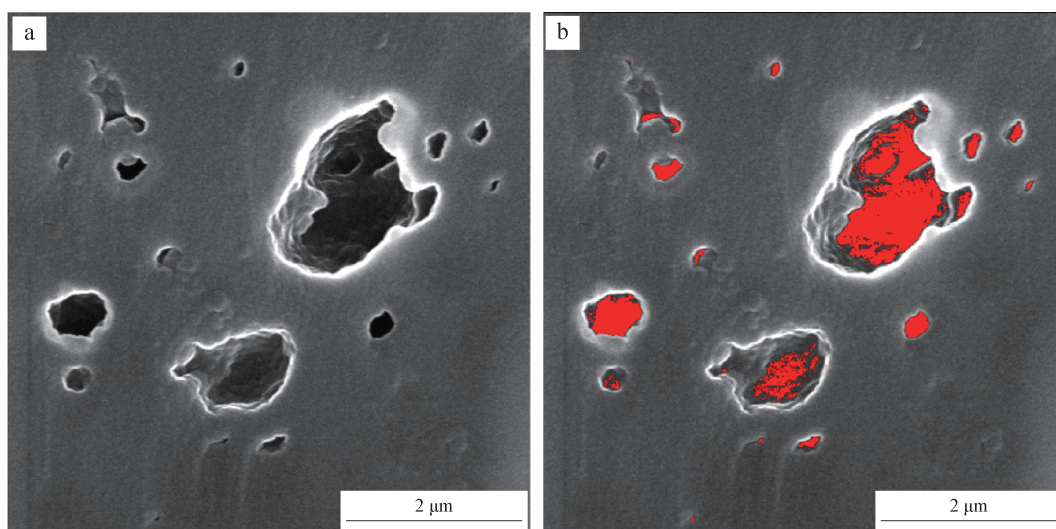


图4 高电子束流高加速电压下的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig.4 SEM images of shale microscopic pores under high probe current and high accelerating voltage  
a,b. 电子束流 340 PA,扫描时间 10  $\mu$ s,加速电压 15 kV 的 SEM 图像; b. 红色区域为通过 MATLAB 软件最佳阈值法提取出的孔隙区域

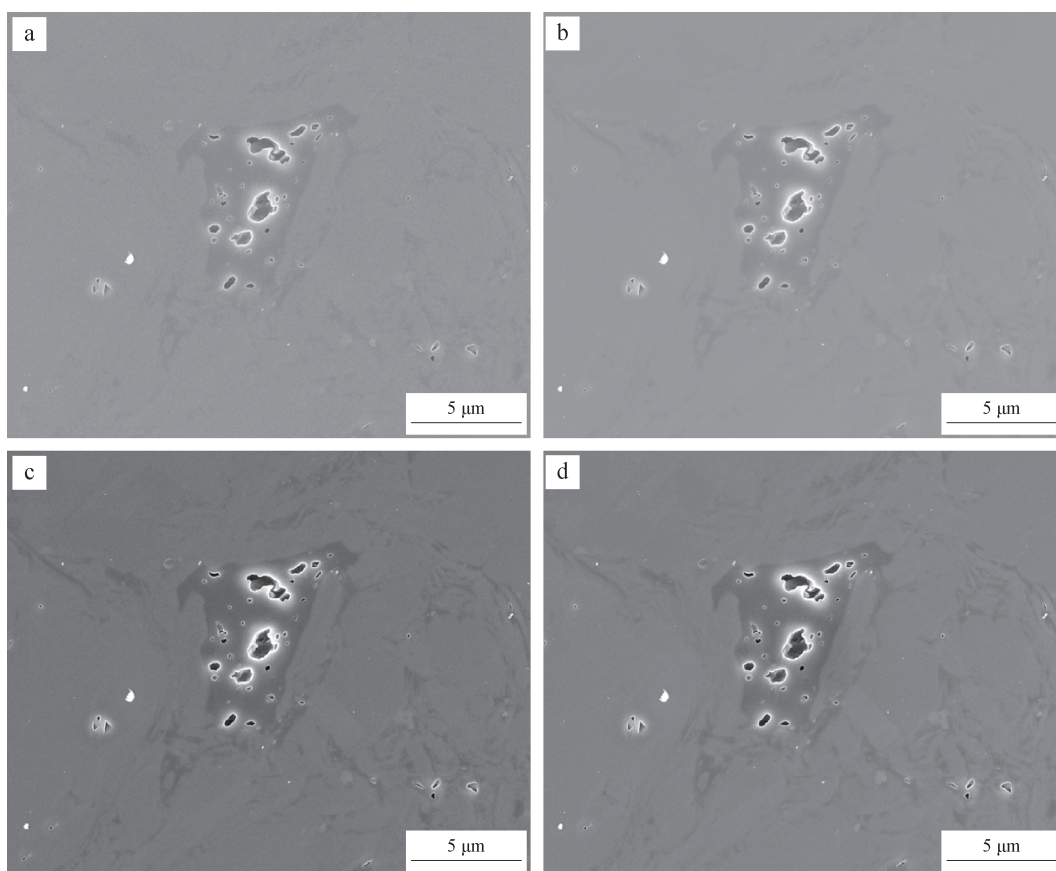


图5 低加速电压不同电子束流下的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig.5 SEM images of shale micropores under different probe currents and lower accelerating voltage  
a,b,c,d. 加速电压 5 kV,扫描时间 10  $\mu$ s,电子束流分别为 5.4,21,43 和 86 PA 的 SEM 图像

图8 为加速电压 5 kV,电子束流 86 PA,扫描时间为 45  $\mu$ s 时拍摄的 SEM 图像。由 8b,c 两张分别对无机孔隙和有机孔隙的放大图可以明显看出,当扫描时间过

长时,会导致孔隙边缘产生大量的电荷积累,严重影响孔隙提取的准确性,而且长时间扫描同一区域,也有可能损坏样品。因此对样品的扫描时间并非越长越好。

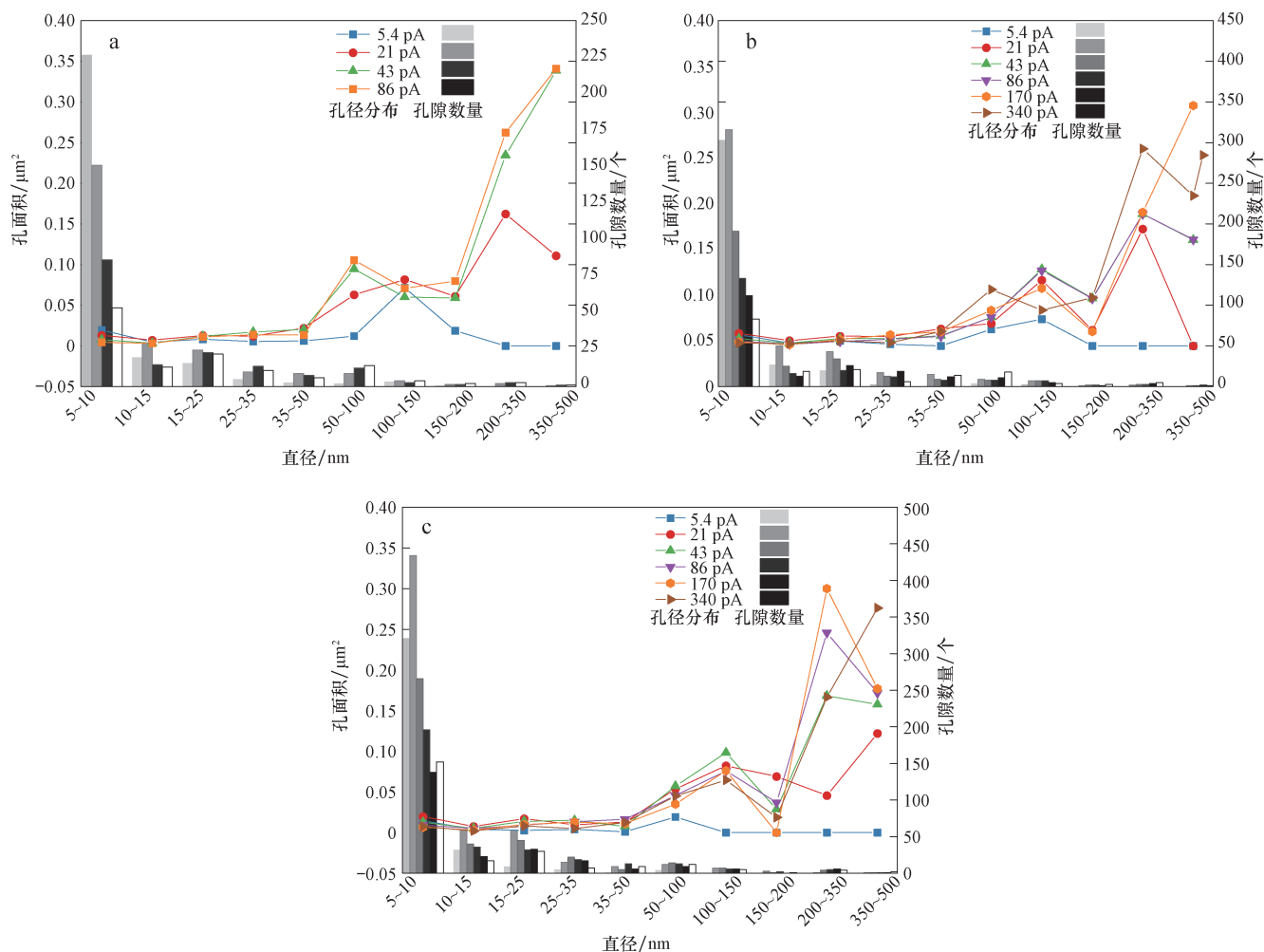


图6 不同电子束流下的 SEM 图像提取出的微观孔隙孔径分布及孔隙数量对比

Fig. 6 The pore-size distribution and pore volume comparisons of micropores extracted by SEM images under different probe currents  
a, b, c 分别为不同加速电压, 扫描时间 10  $\mu$ s, 不同电子束流下的 SEM 图像通过 MATLAB 软件自动最佳阈值判别方法提取的页岩微观孔隙的定量数据; 其中折线图为不同电镜参数相同视域的 SEM 图像对应的孔径分布, 柱状图为提取出的不同电镜参数相同视域内的孔隙数量

图9为提取出的不同扫描时间下拍摄的 SEM 图像中的微观孔隙定量数据对比图。由孔径分布图可以看出当探针电流较低时, 随着扫描时间的延长, 孔隙的提取更加准确, 说明当电子束流低于 43 pA 时, 扫描时间越长, 对孔隙的提取越有利。由孔隙数量累积直方图也可看出, 随着扫描时间的增长, 孔隙提取的越好。但当电子束流达到 86 pA 时可以发现, 扫描时间的变化对于孔径分布的影响变得越来越小, 但是根据提取出的孔隙面积的大小可以看出随着扫描时间的延长, 提取出的孔隙面积仍在增多。综上所述, 扫描时间越长, 对孔隙的提取越为有利, 但是当电子束流过大时, 扫描时间的变化对于孔径分布的影响逐渐变小, 因此当电子束流较大时, 应该缩短扫描时间, 以防荷电效应对提取出的孔隙面积产生影响。

## 2.4 亮度与对比度值对孔隙提取的影响

调节亮度与对比度是扫描电镜观察时最基本的操作之一, 根据操作习惯, 每个人都有不同的调整偏好, 这里面存在很多主观因素的影响。但对于富有机质页岩微观孔隙的定量分析而言, 匹配较好的亮度与对比度调整范围对于孔隙的提取有着非常重要的作用。亮度是指画面的明亮程度, 通过改变图像的偏压可以达到改变图像亮度的目的。对比度是指图像中由黑到白的渐变层次。对比度值越大, 由黑到白的渐变层次越多, 从而灰度图像的层次表现越丰富。控制光电倍增管高压发生器的参比电压, 使其发生电压变化, 改变二次电子探测器的增益, 达到图像对比度调整的目的。前人对于亮度对比度的调整主要基于经验的总结, 本



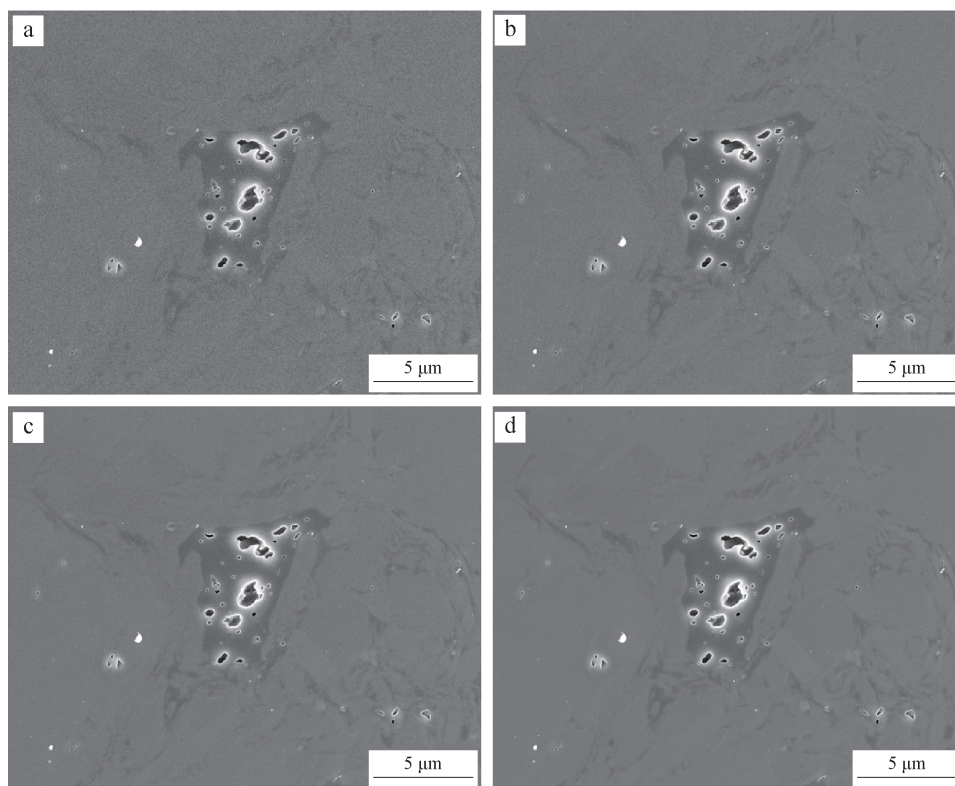


图7 不同扫描时间下的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig. 7 SEM images of shale micropores taken under different scanning times

a, b, c, d. 加速电压 5 kV, 电子束流 21 pA, 扫描时间分别为 1, 3, 6 和 20  $\mu\text{s}$  的 SEM 图像

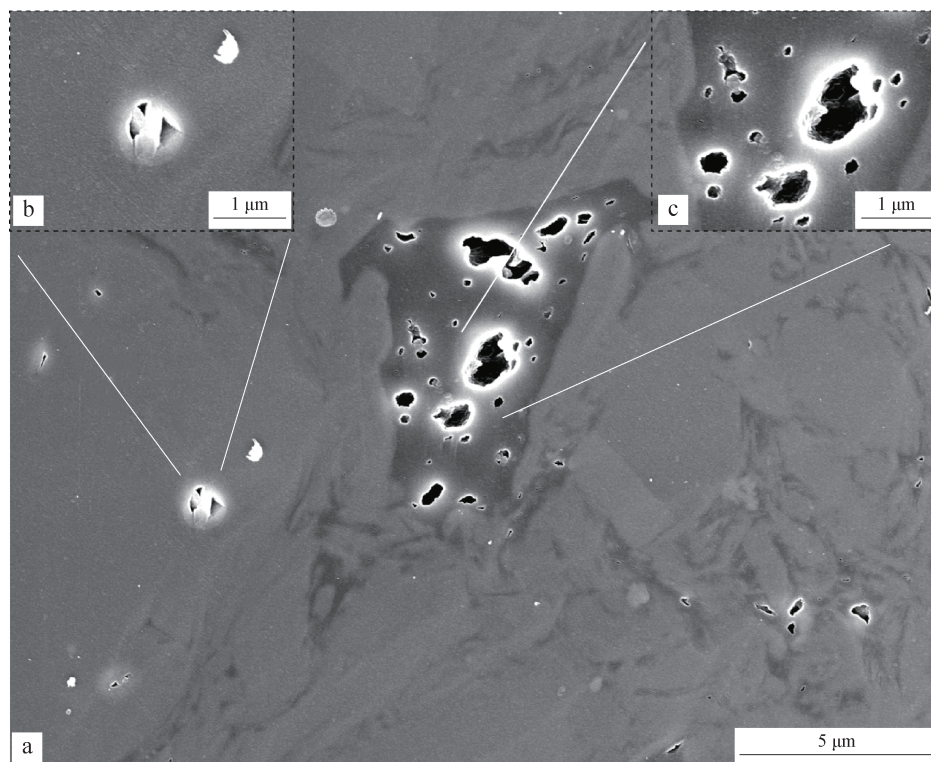


图8 扫描时间为 45  $\mu\text{s}$  拍摄的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig. 8 The SEM image of shale micropores taken at a scanning time of 45  $\mu\text{s}$

a. 加速电压 5 kV, 电子束流 86 pA, 扫描时间为 45  $\mu\text{s}$  的 SEM 图像; b, c. 分别为无机孔隙和有机孔隙的放大图, 可以明显看到孔隙边缘大量电荷积累产生的荷电效应现象

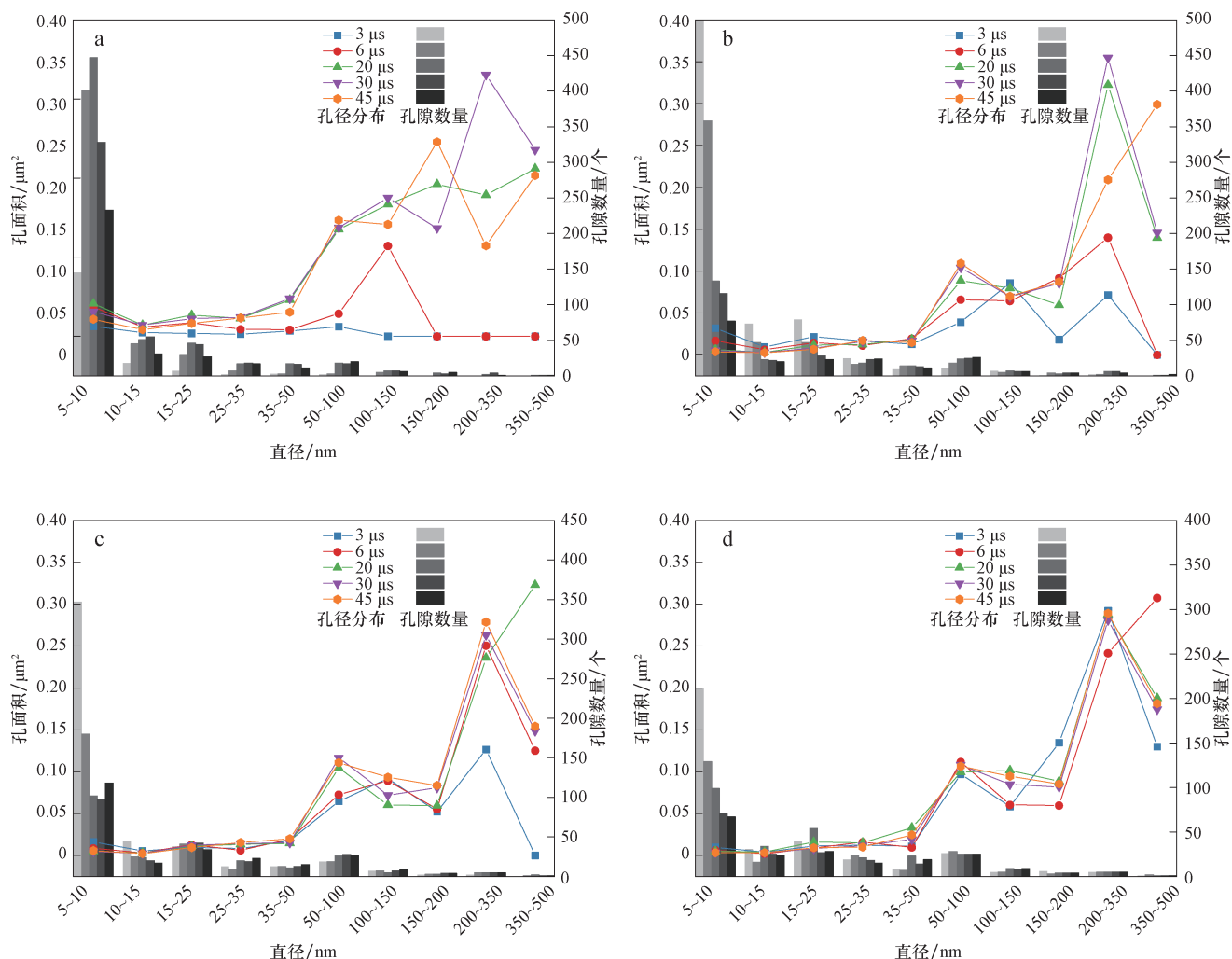


图9 不同扫描时间下的 SEM 图像提取出的微观孔隙孔径分布及孔隙数量对比

Fig. 9 The pore-size distribution and pore volume comparisons of micropores extracted by SEM images under different scanning time  
a, b, c, d 分别为加速电压 5 kV, 不同电子束流, 不同扫描时间下的 SEM 图像通过 MATLAB 软件自动最佳阈值判别方法提取的页岩微观孔隙的定量数据; 其中折线图为不同电镜参数相同视域的 SEM 图像对应的孔径分布, 柱状图为提取出的不同电镜参数相同视域内的孔隙数量

次研究通过定量分析不同亮度对比度的 SEM 图像, 得到亮度与对比度值对孔隙提取的影响。图 10 为加速电压 8 kV, 电子束流 86 PA, 扫描时间 5  $\mu$ s, 固定对比度值 82.5, 不同亮度值的 SEM 图像。可以看出随着亮度值逐渐升高, 图像灰度值逐渐增大, 但是定性的观察难以判断亮度大小是否会影响页岩微观孔隙的提取, 仍需对孔隙定量数据进行分析。

图 11 为加速电压 8 kV, 电子束流 86 PA, 扫描时间 5  $\mu$ s, 固定亮度值 47.5, 不同对比度值的 SEM 图像。可以看出随着对比度的增大, 图像逐渐变得清晰, 但当对比度值过大超过 87.5 时, 图像中较大孔隙的内部细节被凸显出来, 同时在孔隙边缘产生大量荷电积累, 这对孔隙的提取而言是不利的。

图 12a, b 为提取出的不同亮度值和对对比度值下拍出的 SEM 灰度图中的微观孔隙定量数据对比图。可以看出随着亮度的增加, 孔隙提取的越完整。但是当亮度值超过 47.5 时, 提取出的孔隙数量和孔隙面积逐渐变差, 说明当亮度超过一定范围后, 图像灰度值过高, 通过灰度分割阈值对孔隙的提取能力变差了。因此亮度值要尽量控制在 47.5 左右为最佳。同时随着对比度值的增大, 灰度图像的层次更为清晰, 图像质量变好, 提取孔隙的能力也随之增强。但当对比度值过高超过 85 时, 图像细节过分突出, 反而导致提取出的大孔不完整, 同时电荷积累现象严重, 导致提取出的孔隙面积相应减小。因此图像的对比度值应该控制在 85 左右, 对孔隙的提取最为有利。



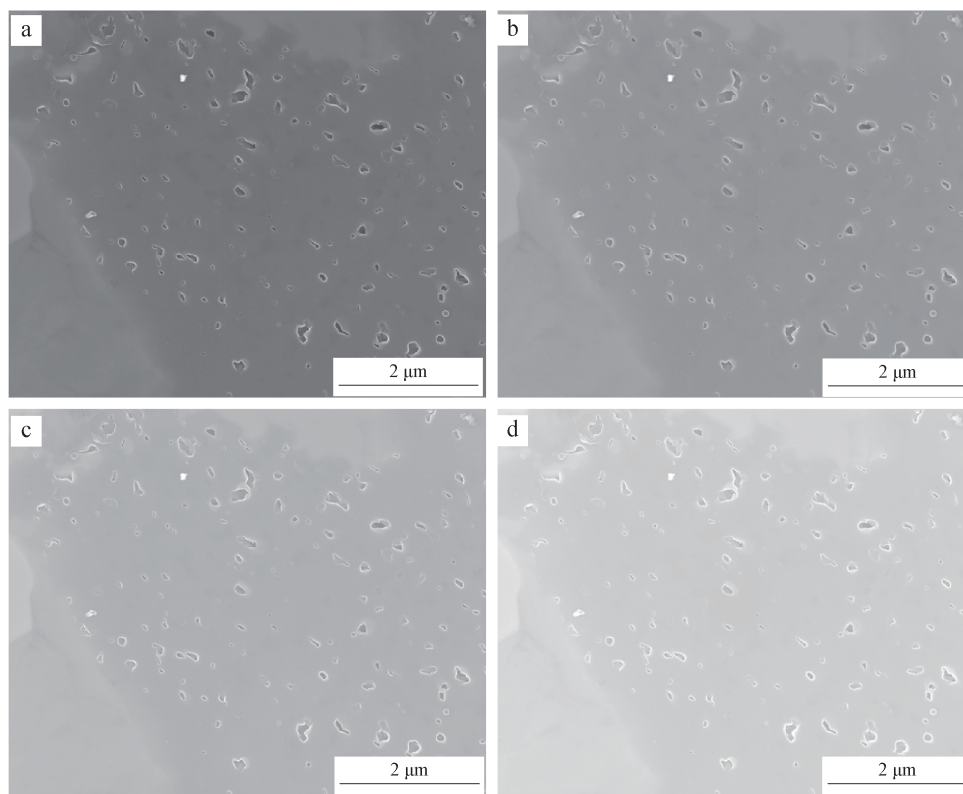


图 10 不同亮度值拍摄的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig. 10 SEM images of shale micropores taken under different luminance

a,b,c,d. 加速电压 8 kV, 电子束流 86 pA, 扫描时间 5  $\mu$ s, 固定对比度值为 82.5, 调整亮度值分别为 42.5, 45, 47.5 和 50 的 SEM 图像

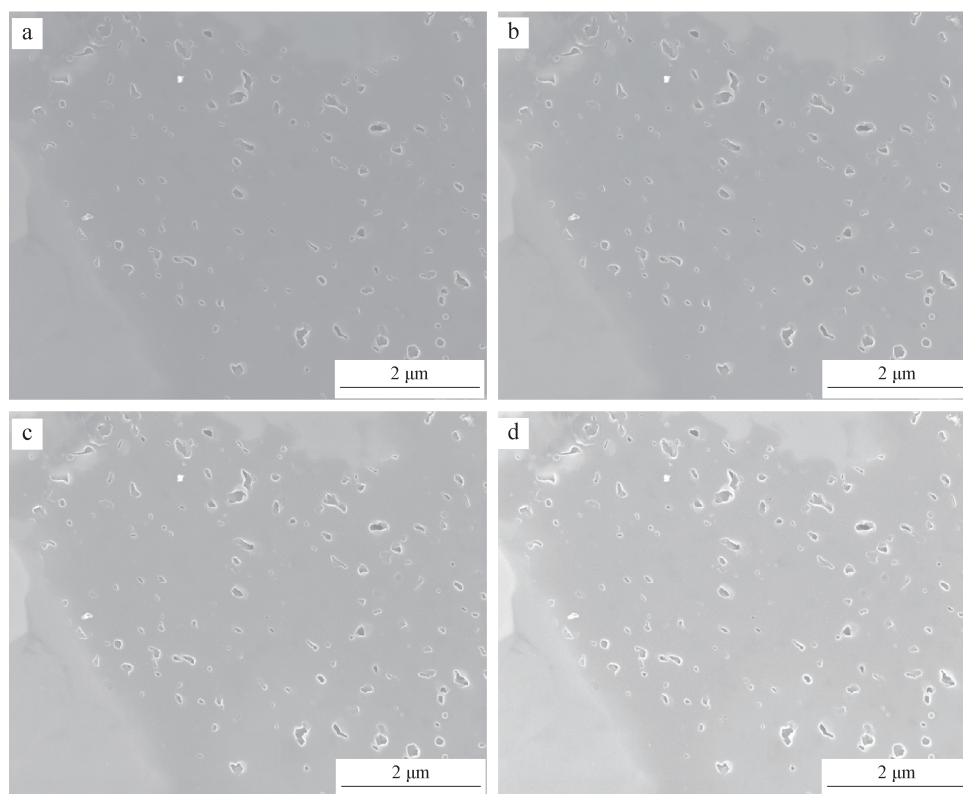


图 11 不同对比度拍摄的页岩微观孔隙 SEM 图像

Fig. 11 SEM images of shale micropores taken under different contrast values

a,b,c,d. 加速电压 8 kV, 电子束流 86 pA, 扫描时间 5  $\mu$ s, 固定亮度值为 47.5, 调整对比度值分别为 80, 82.5, 85 和 87.5 的 SEM 图像

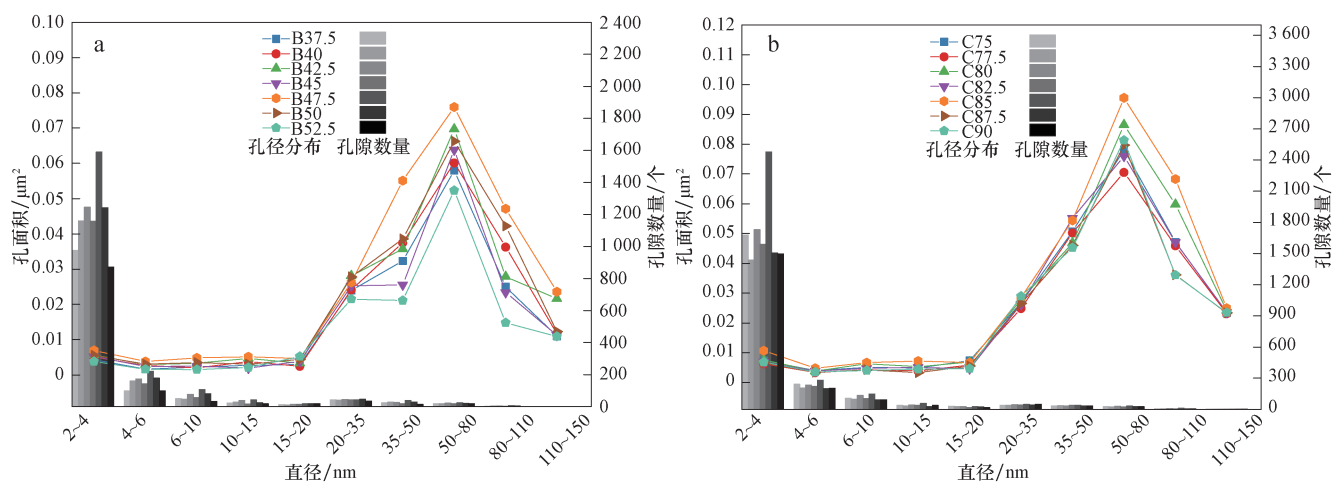


图12 不同亮度、对比度值下的SEM图像提取出的微观孔隙孔径分布及孔隙数量对比

Fig. 12 The pore-size distribution and pore volume comparisons of micropores extracted by SEM images under different luminance and contrast values

a, b. 分别为加速电压8 kV, 电子束流86 PA, 扫描时间5  $\mu$ s, 不同亮度值和对对比度值下的SEM图像通过MATLAB软件自动最佳阈值判别方法提取的页岩微观孔隙的定量数据; 其中折线图为不同电镜参数相同视域的SEM图像对应的孔径分布, 柱状图为提取出的不同电镜参数相同视域内的孔隙数量

### 3 结论

1) 在固定低电子束流时, 低的加速电压下微小孔隙的提取较为完整, 但对大孔的提取并不完全, 导致提取出的定量数据中微小孔隙的数量和面积较大而大孔几乎没有; 当固定高电子束流时, 加速电压越大大孔提取的越完整, 但当电子束流过大超过170 PA时, 高加速电压下提取出的误差孔隙较多且提取的大孔面积小于低加速电压下提取大孔的面积。因此在拍摄电镜照片时电子束流控制在170 PA以下时, 适当增大加速电压更有利于富有机质页岩微观孔隙定量数据的提取。

2) 在调整加速电压小于10 kV时, 固定较大的电子束流, 微小孔和大孔提取的较为完整。而当调整加速电压超过15 kV时, 逐渐增大电子束流, 提取出的孔隙先逐渐变得完整, 后由于提取出的误差孔逐渐增多导致微小孔面积增多, 大孔面积反而减小。因此在拍摄电镜图片时, 如果加速电压控制在10 kV以下, 固定较大的电子束流可使得提取出的孔隙定量信息较准确。若由于分辨率等原因加速电压要超过15 kV时, 为防止荷电效应现象对孔隙提取产生影响, 尽量将电子束流控制在170 PA以下。

3) 当固定电子束流低于86 PA时, 扫描时间越长, 提取出的误差孔隙越少, 微小孔和大孔提取的越完整。但当调整电子束流超过86 PA时, 扫描时间的变化对提取出的孔隙的定量数据影响逐渐变小, 同时较大的电子束流下, 随着扫描时间的延长, 荷电效应现象

逐渐增多, 提取出的孔隙面积变小, 且较长的扫描时间有可能损害样品表面。因此在拍摄电镜图片时, 若电子束流低于86 PA, 则扫描时间越长提取出的孔隙定量数据越准确, 但当电子束流超过86 PA时, 要尽量缩短扫描时间, 以防荷电积累过多影响孔隙定量信息的提取效果且对样品表面产生损害。

4) 随着亮度值的增大, 孔隙提取的越完整, 但当亮度值超过47.5时, 提取出的孔隙数量和孔面积逐渐减少, 说明当亮度值过低或过高时对孔隙定量信息的提取不利。当对比度值逐渐增大时, 孔隙提取的逐渐完整, 但当对比度值超过85时, 图像细节过分突出, 反而导致提取出的大孔变得不完整。因此在拍摄电镜图片时, 光凭经验调整亮度对比度值是不行的, 亮度值要尽量控制在47.5左右为最佳, 对比度值要尽量控制在85左右对孔隙提取最有利。

### 参 考 文 献

- [1] Rogner H-H. An assessment of world hydrocarbon resources[J]. Annual Review of Energy and the Environment, 1997, 22(1): 217 - 262.
- [2] Hill D G, Lombardi T E, Martin J P. Fractured shale gas potential in New York[J]. Northeastern Geology and Environmental Sciences, 2004, 26(1/2): 57 - 78.
- [3] Perry K, Lee J. Unconventional gas reservoirs: tight gas, coal seams, and shales[R]. Washington: National Petroleum Council, 2007.
- [4] 卢双舫, 黄文彪, 陈方文, 等. 页岩油气资源分级评价标准探讨[J]. 石油勘探与开发, 2012, 39(2): 249 - 256.

Lu Shuangfang, Huang Wenbiao, Chen Fangwen, et al. Classification



- and evaluation criteria of shale oil and gas resources: Discussion and application [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2012, 39 (2): 249 – 256.
- [5] Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, et al. Morphology, genesis, and distribution of nanometer-scale pores in siliceous mudstones of the Mississippian Barnett Shale [J]. *Journal of Sedimentary Research*, 2009, 79(12): 848 – 861.
- [6] 邹才能, 朱如凯, 白斌, 等. 中国油气储层中纳米孔首次发现及科学价值[J]. *岩石学报*, 2011, 27(6): 1857 – 1864.
- Zou Caineng, Zhu Rukai, Bai Bin, et al. First discovery of nano-pore throat in oil and gas reservoir in China and its scientific value [J]. *Acta Petrologica Sinica*, 2011, 27(6): 1857 – 1864.
- [7] 杨超, 张金川, 李婉君, 等. 辽河坳陷沙三、沙四段泥页岩微观孔隙特征及其成藏意义[J]. *石油与天然气地质*, 2014, 35(2): 286 – 294.
- Yang Chao, Zhang Jinchuan, Li Wanjun, et al. Microscopic pore characteristics of Sha-3 and Sha-4 shale and their accumulation significance in Liaohe Depression [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2014, 35(2): 286 – 294.
- [8] Milliken K L, Rudnicki M, Awwiller D N, et al. Organic matter-hosted pore system, Marcellus Formation (Devonian), Pennsylvania [J]. *AAPG Bulletin*, 2013, 97(2): 177 – 200.
- [9] 杨峰, 宁正福, 胡昌蓬, 等. 页岩储层微观孔隙结构特征[J]. *石油学报*, 2013, 34(2): 301 – 311.
- Yang Feng, Ning Zhengfu, Hu Changpeng, et al. Characterization of microscopic pore structures in shale reservoirs [J]. *Acta Petrologica Sinica*, 2013, 34(2): 301 – 311.
- [10] Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, et al. Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores [J]. *AAPG Bulletin*, 2012, 96(6): 1071 – 1098.
- [11] 陈尚斌, 朱炎铭, 王红岩, 等. 川南龙马溪组页岩气储层纳米孔隙结构特征及其成藏意义[J]. *煤炭学报*, 2012, 37(3): 438 – 444.
- Chen Shangbin, Zhu Yanming, Wang Hongyan, et al. Structure characteristics and accumulation significance of nanopores in Longmaxi shale gas reservoir in the southern Sichuan Basin [J]. *Journal of China Coal Society*, 2012, 37(3): 438 – 444.
- [12] 耳闯, 赵靖舟, 白玉彬, 等. 鄂尔多斯盆地三叠系延长组富有机质泥页岩储层特征[J]. *石油与天然气地质*, 2013, 34(5): 708 – 716.
- Er Chuang, Zhao Jingzhou, Bai Yubin, et al. Reservoir characteristics of the organic-rich shales of the Triassic Yanchang Formation in Ordos Basin [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2013, 34(5): 708 – 716.
- [13] 吴建国, 刘大锰, 姚艳斌. 鄂尔多斯盆地渭北地区页岩纳米孔隙发育特征及其控制因素[J]. *石油与天然气地质*, 2014, 35(4): 542 – 550.
- Wu Jianguo, Liu Dameng, Yao Yanbin. Characteristics and controlling factors of nanopores in shales in Weibei, Ordos Basin [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2014, 35(4): 542 – 550.
- [14] 周德华, 焦方正, 郭旭升, 等. 川东南涪陵地区下侏罗统页岩油气地质特征[J]. *石油与天然气地质*, 2013, 34(4): 450 – 454.
- Zhou Dehua, Jiao Fangzheng, Guo Xusheng, et al. Geological features of the Lower Jurassic shale gas play in Fuling area, the southeastern Sichuan Basin [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2013, 34(4): 450 – 454.
- [15] 刘伟, 余谦, 闫剑飞, 等. 上扬子地区志留系龙马溪组富有机质泥岩储层特征[J]. *石油与天然气地质*, 2012, 33(3): 346 – 352.
- Liu Wei, Yu Qian, Yan Jianfei, et al. Characteristics of organic-rich mudstone reservoirs in the Silurian Longmaxi Formation in Upper Yangtze region [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2012, 33(3): 346 – 352.
- [16] 贾承造, 郑民, 张永峰. 中国非常规油气资源与勘探开发前景[J]. *石油勘探与开发*, 2012, 39(2): 129 – 136.
- Jia Chengzao, Zheng Min, Zhang Yongfeng. Unconventional hydrocarbon resources in China and the prospect of exploration and development [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2012, 39(2): 129 – 136.
- [17] 朱如凯, 白斌, 崔景伟, 等. 非常规油气致密储集层微观结构研究进展[J]. *古地理学报*, 2013, 15(5): 615 – 623.
- Zhu Rukai, Bai Bin, Cui Jingwei, et al. Research advances of micro-structure in unconventional tight oil and gas reservoirs [J]. *Journal of Palaeogeography*, 2013, 15(5): 615 – 623.
- [18] 白斌, 朱如凯, 吴松涛, 等. 非常规油气致密储层微观孔喉结构表征新技术及意义[J]. *中国石油勘探*, 2014, 19(3): 78 – 86.
- Bai Bin, Zhu Rukai, Wu Songtao, et al. New Micro-throat Structural Characterization Techniques for Unconventional Tight Hydrocarbon Reservoir [J]. *China Petroleum Exploration*, 2014, 19(3): 78 – 86.
- [19] 张琴, 刘畅, 梅啸寒, 等. 页岩气储层微观储集空间研究现状及展望[J]. *石油与天然气地质*, 2015, 36(4): 666 – 674.
- Zhang Qin, Liu Chang, Mei Xiaohan, et al. Status and prospect of research on microscopic shale gas reservoir space [J]. *OIL & GAS GEOLOGY*, 2015, 36(4): 666 – 674.
- [20] 李军, 金武军, 王亮, 等. 利用核磁共振技术确定有机孔与无机孔孔径分布—以四川盆地涪陵地区志留系龙马溪组页岩气储层为例[J]. *石油与天然气地质*, 2016, 37(1): 129 – 134.
- Li Jun, Jin Wujun, Wang Liang, et al. Quantitative evaluation of organic and inorganic pore sizedistribution by NMR: A case from the Silurian Longmaxi Formation gas shale in Fuling area, Sichuan Basin [J]. *Oil & Gas Geology*, 2016, 37(1): 129 – 134.
- [21] 孙寅森, 郭少斌. 基于图像分析技术的页岩微观孔隙特征定性及定量表征[J]. *地球科学进展*, 2016, 31(7): 751 – 763.
- Sun Yansen, Guo Shaobin. Qualitative and quantitative characterization of shale microscopic pore characteristics based on image analysis technology [J]. *Advances in Earth Science*, 2016, 31(7): 751 – 763.
- [22] Fredrich J T, Menendez B, Wong T F. Imaging the pore structure of geomaterials [J]. *Science*, 1995, 268(5208): 276 – 279.
- [23] 王亮, 章雄冬, 曹海虹. 页岩的氩离子抛光制样研究[J]. *石油实验地质*, 2015, 37(4): 525 – 529.
- Wang Liang, Zhang Xiondong, Cao Haihong. Shale preparation using Ar-ion milling [J]. *Petroleum Geology & Experiment*, 2015, 37(4): 525 – 529.
- [24] 周莹, 王虎, 吴伟, 等. 加速电压的选择对 FESEM 图像的影响[J]. *实验室研究与探索*, 2012, 31(10): 227 – 230, 262.
- Zhou Ying, Wang Hu, Wu Wei, et al. Impact of Acceleration Voltage on FESEM Images [J]. *Research and Exploration in Laboratory*, 2012, 31(10): 227 – 230, 262.
- [25] Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, et al. 2009. Morphology, gene-

- sis, and distribution of nanometer-scale pores in siliceous mudstones of the Mississippian Barnett shale [J]. *Journal of Sedimentary Research*, 79(11-12): 848-861.
- [26] Chalmers G R, Bustin R M, Power I M. Characterization of gas shale pore systems by porosimetry, pycnometry, surface area, and field emission scanning electron microscopy/transmission electron microscopy image analyses: examples from the Barnett, Woodford, Haynesville, Marcellus, and doig units [J]. *AAPG Bulletin*, 2012, 6(96): 1099-1119.
- [27] Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, et al. Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores [J]. *AAPG Bulletin*, 2012, 96(6): 1071-1098.
- [28] Dewers T A, Heath J, Ewy R, et al. Three-dimensional pore networks and transport properties of a shale gas formation determined from focused ion beam serial imaging [J]. *International Journal of Oil Gas and Coal Technology*, 2012, 5(2-3SI): 229-248.
- [29] Bai B J, Elgmami M, Zhang H, et al. Rock characterization of Fayetteville shale gas plays [J]. *Fuel*, 2013, 105: 645-652.
- [30] 严红, 沈一骑. SEM 工作距离和加速电压对图像分辨率的影响 [J]. *实验技术与管理*, 2011, 28(9): 44-45, 49.  
Yan Hong, Shen Yiqi. Influences of different work distances and acceleration voltages of SEM on image resolution [J]. *Experimental Technology and Management*, 2011, 28(9): 44-45, 49.
- [31] 曹水良, 梁志红, 尹平河. 不同加速电压对不导电样品扫描电镜图像的影响 [J]. *暨南大学学报(自然科学与医学版)*, 2014, 35(4): 357-360.  
Cao Shuilang, Liang Zhihong, Yi Pinghe. The influence of non-conductive sample SEM images under different acceleration voltage [J]. *Journal of Jinan University (Natural Science & Medicine Edition)*, 2014, 35(4): 357-360.
- [32] 华佳捷, 刘紫薇, 林初城, 等. 场发射扫描电镜中荷电现象研究 [J]. *电子显微学报*, 2014, 33(3): 26-232.  
Hua Jiajie, Liu Ziwei, Lin Chucheng, et al. Investigation on charging for field emission scanning electron microscope [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2014, 33(3): 26-232.
- [33] 邹才能, 董大忠, 王社教, 等. 中国页岩气形成机理、地质特征及资源潜力 [J]. *石油勘探与开发*, 2010, 37(6): 641-653.  
Zou Caineng, Dong Dazhong, Wang Shejiao, et al. Geological characteristics, formation mechanism and resource potential of shale gas in China [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2010, 37(6): 641-653.
- [34] 郭彤楼, 张汉荣. 四川盆地焦石坝页岩气田形成与富集高产模式 [J]. *石油勘探与开发*, 2014, 41(1): 28-36.  
Guo Tonglou, Zhang Hanrong. Formation and enrichment mode of Jiaoshiba shale gas field, Sichuan Basin [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2014, 41(1): 28-36.
- [35] 马勇, 钟宁宁, 程礼军, 等. 渝东南两套富有机质页岩的孔隙结构特征——来自 FIB-SEM 的新启示 [J]. *石油实验地质*, 2015, 37(1): 109-116.  
Ma Yong, Zhong Ningning, Cheng Lijun, et al. Pore structure of two organic-rich shales in southeastern Chongqing area: Insight from Focused Ion Beam Scanning Electron Microscope (FIB-SEM) [J]. *Petroleum Geology & Experiment*, 2015, 37(1): 109-116.
- [36] Eliza J. Mathia, Leon Bowen, K. Mark Thomas, Andrew C. Aplin. Evolution of porosity and pore types in organic-rich, calcareous, Lower Toarcian Posidonia Shale [J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2016, 75: 117-139.
- [37] Toth M, Thie B L, Donald A M. On the role of electron-ion recombination in low vacuum scanning electron microscopy [J]. *Journal of microscopy*, 2002, 205(1): 86-95.
- [38] Stokes D. Recent advances in electron imaging, image interpretation and applications: environmental scanning electron microscopy [J]. *Philos Transact a Math Phys Eng Sci*, 2003, 361: 2771-2787.
- [39] Clode P L. Charge contrast imaging of biomaterials in a variable pressure scanning electron microscope [J]. *Journal of Structural Biology*, 2006, 155: 505-511.
- [40] 吉元, 张虹, 史佳新, 等. 非导电样品荷电效应的吸收电流评价方法 [J]. *电子显微学报*, 2004, 23(3): 265-268.  
Ji Yuan, Zhang Hong, Shi Jiaxin, et al. Evaluation of charging effect on the non-conductive specimens by absorb current measurement [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2004, 23(3): 265-268.
- [41] 周广荣. 影响扫描电镜图像质量的因素分析 [J]. *现代仪器*, 2010, 16(6): 57-59.  
Zhou Guangrong. Analysis of the factors influencing image quality of scanning electron microscope [J]. *Modern Instruments*, 2010, 16(6): 57-59.
- [42] 傅志强, 贺翠翠, 刘锡贝, 等. 扫描电镜测量纳米尺度的影响因素 [J]. *电子显微学报*, 2012, 31(3): 226-229.  
Fu Zhiqiang, He Cuicui, Liu Xibei, et al. Influence factors of the nano-meter scale measurement by SEM [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2012, 31(3): 226-229.
- [43] 杨清华, 王焕平, 卫国英, 等. NaYF<sub>4</sub> 纳米粉体扫描电镜观测参数探讨 [J]. *中国测试*, 2016, 42(7): 127-130.  
Yang Qinghua, Wang Huanping, Wei Guoying, et al. Investigation on testing parameters of SEM for NaYF<sub>4</sub> nano powders [J]. *China Measurement & Test*, 2016, 42(7): 127-130.
- [44] 王亮, 章雄冬, 刘玉霞. 不镀膜页岩样品的氩离子抛光/扫描电镜分析方法研究 [J]. *电子显微学报*, 2015, 34(1): 33-39.  
Wang Liang, Zhang Xiongdong, Liu Yuxia. Study of Ar ion milling/SEM analysis on uncoated shale samples [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2015, 34(1): 33-39.

(编辑 董立)