



## 液氮冻结含水煤体能量耗散动态变化规律的试验研究

林海飞 罗荣卫 李博涛 秦雷 王裴 刘思博 杨二豪

### 引用本文:

林海飞, 罗荣卫, 李博涛, 等. 液氮冻结含水煤体能量耗散动态变化规律的试验研究[J]. 煤炭科学技术, 2023, 51(10): 119–128.

LIN Haifei, LUO Rongwei, LI Botao. Study on energy dynamic change law in the process of water-contained coal caused by liquid nitrogen freezing[J]. Coal Science and Technology, 2023, 51(10): 119–128.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13199/j.cnki.cst.2022-1604>

### 您可能感兴趣的其他文章

#### Articles you may be interested in

#### 液氮冻结和冻融循环作用下煤样力学特性试验研究

Study on evolution law of mechanical properties of coal samples subjected to freezing and freeze-thaw cycles of liquid nitrogen  
煤炭科学技术. 2023, 51(5): 82–92 <https://doi.org/10.13199/j.cnki.cst.2021-1451>

#### 含裂隙煤体能量耗散特征与冲击倾向性研究

Research on energy dissipation characteristics and coal burst tendency of fissured coal mass  
煤炭科学技术. 2023, 51(5): 32–44 <https://doi.org/10.13199/j.cnki.cst.2022-2242>

#### 液氮冷浸前后煤体的微观结构精细化表征方法研究

Advanced characterization of coal microstructure before and after liquid nitrogen cold soaking  
煤炭科学技术. 2023, 51(5): 93–102 <https://doi.org/10.13199/j.cnki.cst.2021-1192>

#### 预制孔洞煤样冲击力学特性及能量耗散试验研究

Experimental study on impact mechanical properties and energy dissipation of predrilled hole coal samples under impact load  
煤炭科学技术. 2024, 52(2): 92–103 <https://doi.org/10.12438/cst.2023-1789>

#### 水对含孔煤体蠕变声发射特性影响的试验研究

Experimental study on effect of water on creep acoustic emission characteristics of coal containing pores  
煤炭科学技术. 2022, 50(3): 152–160 <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/28bc483e-0021-4869-a4dc-591d12a94ffa>

#### 液氮致裂煤体技术研究现状及展望

Study and prospection of liquid nitrogen fracturing coal technology  
煤炭科学技术. 2022, 50(7): 191–198 <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/720ae74e-67a6-45ea-a9a3-cac9426b2626>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

## 安全科学与工程



移动扫码阅读

林海飞, 罗荣卫, 李博涛, 等. 液氮冻结含水煤体能量耗散动态变化规律的试验研究[J]. 煤炭科学技术, 2023, 51(10): 119–128.

LIN Haifei, LUO Rongwei, LI Botao, *et al.* Study on energy dynamic change law in the process of water-contained coal caused by liquid nitrogen freezing[J]. Coal Science and Technology, 2023, 51(10): 119–128.

## 液氮冻结含水煤体能量耗散动态变化规律的试验研究

林海飞<sup>1,2</sup>, 罗荣卫<sup>1</sup>, 李博涛<sup>1</sup>, 秦雷<sup>1,2</sup>, 王裴<sup>1</sup>, 刘思博<sup>1</sup>, 杨二豪<sup>1</sup>

(1. 西安科技大学 安全科学与工程学院, 陕西 西安 710054; 2. 西安科技大学 西部矿井开采及灾害防治重点实验室, 陕西 西安 710054)

**摘要:** 为研究液氮冻结含水煤体过程能量动态变化规律, 利用自主研发的液氮冻结煤体全过程声发射试验系统, 分析了不同含水率煤体液氮冻结全过程的声发射能量耗散特征及变化规律。结果表明: 液氮冻结煤体过程中声发射能量在时间域上, 分为陡增期、波动期、平静期, 能量一次、二次峰值均与含水率呈正线性关系, 含水率 5.96% 煤体能量一次、二次峰值是干燥煤体的 1.66、2.26 倍; 液氮冻结煤体累计能量与时间关系分为陡增、缓慢增长及稳定等 3 个阶段, 累计能量与含水率呈正线性关系, 含水率 5.96% 煤体是干燥煤体的 2.88 倍; 不同含水率煤体幅值绝大部分集中在 40~50 dB 之间, 占比为 94.39%~99.11%, 且随着煤体含水率的增加呈线性减小; 液氮冻结煤体声发射振铃计数时间序列存在混沌分形特征, 陡增阶段、缓慢增长阶段、稳定阶段的关联维数分别与含水率呈正指数、正线性、正线性相关, 含水率 5.96% 煤体陡增阶段关联维数分别是缓慢增长阶段、稳定阶段的 2.00、5.78 倍; 液氮冻结煤体产生裂隙类型以拉伸裂隙为主, 其占比随含水率增加呈负指数减小, 剪切裂隙占比随含水率增加呈正线性增大。煤体水分增加, 增大了液氮冻结过程中水-冰相变产生的冻胀力, 能量耗散增加, 促使孔裂隙发育, 可通过声发射能量反演。

**关键词:** 液氮冻结; 含水煤体; 能量耗散; 声发射; 微细观结构; 动态演变

中图分类号: TD712

文献标志码: A

文章编号: 0253-2336(2023)10-0119-10

## Study on energy dynamic change law in the process of water-contained coal caused by liquid nitrogen freezing

LIN Haifei<sup>1,2</sup>, LUO Rongwei<sup>1</sup>, LI Botao<sup>1</sup>, QIN Lei<sup>1,2</sup>, WANG Pei<sup>1</sup>, LIU Sibo<sup>1</sup>, YANG Erhao<sup>1</sup>

(1. College of Safety Science and Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China; 2. Key Laboratory of Western Mine Exploitation and Hazard Prevention, Ministry of Education, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China)

**Abstract:** To study the energy dynamic change law of moisture-contained coal in the process of liquid nitrogen freezing, a self-developed acoustic emission (AE) experimental system for the whole process of liquid nitrogen frozen coal was utilized to analyze the characteristics and the change laws of AE energy dissipation in the whole process of liquid nitrogen freezing in coal with different moisture contents. The results shown that AE energy during liquid nitrogen freezing of coal was divided into steep, fluctuating and calm periods in the time domain. The primary and secondary peaks of energy were both positively linearly related to moisture content, and the primary and secondary energy peak of 5.96% moisture content were 1.66 and 2.26 times higher than those of dry coal. The cumulative energy of liquid nitrogen frozen coal, divided into three stages of steep increase, slow growth and stabilization versus time, was positively linearly related to moisture content, which of 5.96% moisture contained coal was 2.88 times higher than that of dry coal. The energy amplitude of different moisture content coals was mostly concentrated in the range of 40-50 dB, accounting for 94.39%-99.11% of the total, and decreased linearly with the increasing moisture content of coal. The time series of acoustic emission ringing counts in liquid nitrogen frozen coals had chaotic fractal characteristics, and the correlation dimensions of the steep increase, slow growth and stable stages were positively exponentially, linearly and linearly correlated with the moisture content, respectively. Furthermore, the correlation dimension in the steep increase stage of 5.96% moisture contained coal was 2.00 and 5.78 times higher than that of the slow growth and stable stage, respectively. The type of

收稿日期: 2022-10-01

责任编辑: 宫在芹

DOI: 10.13199/j.cnki.cst.2022-1604

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51874236); 陕西省杰出青年科学基金资助项目 (2020JC-48); 陕西省重点科技创新团队资助项目 (2022TD-02)

作者简介: 林海飞 (1979—), 男, 山西天镇人, 教授, 博士生导师, 博士。E-mail: lhaifei@163.com

coal cracks produced by the liquid nitrogen freezing was mainly tensile, its proportion with the increasing moisture content was a negative exponential decrease, and the proportion of shear cracks positively linearly increased with the increasing moisture content. The increase of moisture in coal strengthened the freezing and expansion force generated by the water-ice phase transition during the liquid nitrogen freezing process, and the increase of energy dissipation contributed to the rapid development of pore-crack and the structural damage and plastic deformation of coal. However, the structural damage was difficult to detect in real time and can be inverted by AE energy.

**Key words:** liquid nitrogen frozen; moisture contained coal; energy dissipation; acoustic emission; microstructure; dynamic evolution

## 0 引言

我国大部分矿井煤层渗透性较差<sup>[1]</sup>,如何提高煤层渗透率是瓦斯抽采和瓦斯灾害防治的关键之一<sup>[2]</sup>。由于液氮温度低( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ),对环境无污染,容易制备且成本低廉,20 世纪 70 年代 Teneco Oil Company<sup>[3]</sup>提出液氮压裂提高储层渗透率技术,MCDANIEL 等<sup>[4]</sup>在煤层气产地 San Juan 进行液氮重复压裂现场试验,发现可有效提高煤层渗透率。GRUNDMANN 等<sup>[5]</sup>利用液氮对泥盆纪页岩进行了压裂,发现低温液氮会产生热诱导裂缝,使其产气效率提高 8%。

目前,液氮致裂煤体成为一种潜在的高效无水压裂增透技术,应用前景广泛。研究表明,煤体液氮致裂增透主要是在温度应力与冻胀力等作用下,能量耗散导致孔隙损伤、裂隙演化,从而提高煤层渗透率。CHU 等<sup>[6]</sup>将单轴压缩和声发射试验相结合,得到不同因素冻融前后煤体和能量演化特征。张磊等<sup>[7]</sup>对煤体进行液氮溶浸不同时间试验,同时模拟分析了液氮溶浸不同时间煤体内部热应力分布规律。周震等<sup>[8]</sup>采用预埋管注入液氮,通过温度测量和红外热成像技术,得到不同冻结时间下煤样内部温度变化规律及表面温度变化特征。HOU 等<sup>[9]</sup>利用数值模拟,分析了层状煤体在液氮不同冷却时间的热力

耦合过程。王菁瑞等<sup>[10]</sup>利用声发射检测系统,得到不同致裂时间条件下煤样三轴加载过程中的渗透性及声发射特征。CAI 等<sup>[11]</sup>通过单轴压缩试验,得到液氮作用前后煤的能量演化规律。楚亚培等<sup>[12]</sup>通过单轴压缩和声发射测试,分析了液氮冻结和冻融循环前后煤样声发射和能量演化特征。CONG 等<sup>[13]</sup>利用红外测量装置、热电偶,研究了液氮冷冲击过程中煤样钻孔周围表面温度分布规律,建立了热应力计算模型。

综上,现有研究主要集中于液氮冻结煤体过程温度、热应力及加卸载过程能量演化,但煤体冻结全过程微细观结构动态演变及能量耗散难以实时监测,本文通过定制波导杆传输信号,探索利用声发射无损检测技术分析液氮冻结煤体全过程能量时序变化特征,揭示能量耗散诱导孔裂隙变化效应,以期进一步理解煤层液氮致裂增透技术的适用性,指导液氮致裂工艺参数优化和现场应用。

## 1 试验系统及方案

### 1.1 试验系统研发

为研究液氮冻结含水煤体能量耗散动态变化规律,自主研发了液氮冻结煤体全过程声发射监测的试验系统<sup>[14]</sup>,如图 1 所示,其中虚线为低温冻结系统,实线为信号传输线。

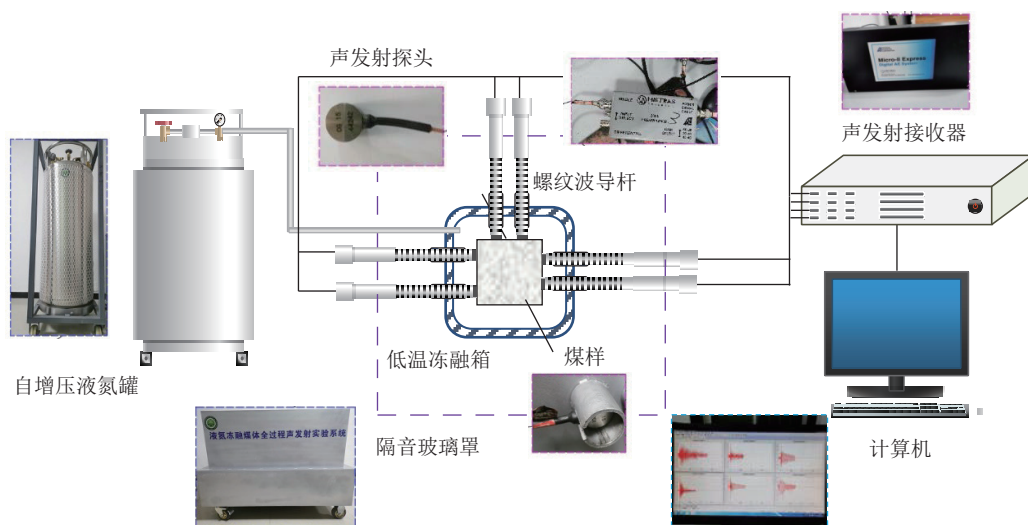


图 1 液氮冻结煤体全过程声发射监测的试验系统

Fig.1 Experimental system of acoustic emission monitoring of the whole process of freezing coal with liquid nitrogen

试验系统分为 3 个部分：液氮注入系统、低温冻结系统、监测采集处理系统。

1) 液氮注入系统。该系统主要为系统提供液氮环境, 包括自增压液氮罐、超低温保温管、自增压液氮罐阀门、调压阀门、压力表、进液阀门。液氮由自增压液氮罐注入定制反应釜中; 自增压液进液阀门控制液氮输送开关; 调压阀门控制注入液氮时的压力、超低温保温管外有保温隔热材料, 避免液氮在输送途中挥发。

2) 低温冻结系统。该系统主要进行液氮冻结煤体及与监测采集处理系统的传感器耦合。主要由煤样、波导杆与传感器耦合腔、电磁阀开关、液氮反应釜组成。

耐超低温电磁阀控制试验后液氮从废液出口流出到废液腔, 用于盛放试验结束后原本浸泡煤样的液氮, 同时为更好控制冻结煤体时间, 便于煤样从液氮脱离; 隔音罩是为了隔绝外界声音对试验的影响; 煤样为 70 mm×70 mm×70 mm 的正方体原煤试样; 试样放置台下方有均布小孔, 有利于增加试样底部与液氮直接接触面积; 反应釜材质为 304 不锈钢其各部分外贴保温隔热材料。

3) 监测采集处理系统。该系统主要监测采集处理液氮冻结煤体破裂声发射信号。由煤样、波导杆、波导杆与传感器耦合腔、声发射传感器、声发射监测系统组成。声发射传感器与波导杆对接界面需涂抹耦合剂, 并在波导杆与传感器耦合腔完成耦合; 防止声发射传感器直接接触液氮失效, 定制波导杆将煤样被液氮冻结破裂释放的弹性波信号传导至声发射传感器, 其一端紧贴煤体一端紧贴传感器。

声发射监测系统采用美国物理声学公司 8 通道系统 (Micro-II Express Digital AE System), 门槛值 40 dB, 前置放大类型 2/4/6 增益 40 dB, 采样频率 10 MSPS, 传感器频率范围 35 ~ 100 kHz (谐振频率 55 kHz)、灵敏度 75 dB、温度范围 -65 ~ +175 ℃。

## 1.2 试验方案

### 1.2.1 煤样制备

试验煤样采自焦作赵固一矿二<sub>1</sub>煤层, 在工作面新暴露煤体同一位置剥离大块煤体装袋密封后运至试验室。去除表面氧化后, 利用钻孔取心机与切割打磨机制作 70 mm×70 mm×70 mm 正方体煤样, 共挑选几何参数、质量、波速相近的煤样 15 块见表 1。

表 1 煤样基本物理参数  
Table 1 Basic physical parameters of coal sample

煤样	A1	A2	A3	B1	B2	B3	C1	C2	C3	D1	D2	D3	E1	E2	E3
长/mm	69.49	69.65	70.13	70.01	70.00	70.00	68.27	70.04	69.89	69.96	69.64	70.14	70.37	70.09	69.92
宽/mm	69.99	70.33	68.94	69.79	70.00	69.91	70.28	70.10	69.72	68.85	70.04	70.04	70.04	70.21	70.15
高/mm	69.96	68.80	69.8	70.04	70.21	69.77	69.72	70.16	69.94	70.15	69.96	69.97	69.89	70.23	70.04
质量/kg	474.3	470.2	467.4	479.8	483.3	477	468.7	474.6	471.2	473.9	472.8	481.6	482.1	481.5	479.1
波速/(m·s <sup>-1</sup> )	1 265	1 277	1 291	1 273	1 351	1 210	1 402	1 458	1 458	1 827	1 867	1 756	1 778	1 418	1 515

### 1.2.2 试验步骤

1) 利用 ZK-2020 型真空干燥箱对煤样干燥直至恒重;

2) 采用 ZYB-II 型真空饱和装置将煤样进行饱水处理;

3) 使用 ZK-2020 型真空干燥箱对煤体进行不同时间干燥配置含水率, 将煤样分 5 组进行编号, 每组 3 个试样, 其中 A 组(完全干燥), B 组(含水率 1.57%), C 组(含水率 3.20%), D 组(含水率 4.48%), E 组(含水率 5.96%);

4) 利用自行研发的液氮冻结煤体全过程声发射试验系统, 对 A 组煤样进行液氮冻结全过程试验, 液氮迅速注入浸没煤样时开始采集数据;

5) 冻结结束 (100 min) 停止声发射采集, 打开截

止阀液氮流入废液腔, 煤体迅速从液氮中脱离出来, 实现液氮冻结煤体过程声发射采集;

6) 重复 4、5 步骤对 B、C、D、E 组煤样, 进行液氮冻结全过程试验。

## 2 试验结果

### 2.1 液氮冻结煤体能量耗散时序特征

煤体液氮冻结过程可看作冷加载变形破坏过程, 是能量传输、积累、耗散和释放的一个动态过程。假设不考虑外部温度产生的热能, 外荷载对煤体做功一部分以弹性能存储于煤中, 一部分以塑性能和损伤能等形式的耗散; 当存储弹性能达到极限值时, 煤体发生变形破坏, 存储的一部分能量以破坏损伤形式表现出来, 其余的能量以热辐射、热交换等形式表现出来。



根据能量守恒定律(热力学第一定律)<sup>[15]</sup>, 可得到如下关系:

$$U = U^d + U^e + U^t \quad (1)$$

式中:  $U$  为煤体总能量,  $J$ ;  $U^d$  为煤样耗散能, 主要用于塑性变形和内部损伤变形,  $J$ ;  $U^e$  为可释放弹性应变能, 主要是存储在煤体内部的能量,  $J$ ;  $U^t$  为热辐射、热交换等方式传递的能量,  $J$ 。

能量耗散主要用于诱发岩体损伤, 导致材料性质劣化和强度丧失<sup>[16]</sup>, 液氮冻结含水煤体由水-冰相变冻胀力、热应力、液氮气化膨胀力对煤体做功造成煤体变形与损伤, 则有如下关系:

$$\begin{cases} U^d = W_1 + W_2 + W_3 \\ W_1 = \sum_{j=1}^n \sigma_{1j} \varepsilon_{1j} \\ W_2 = \sum_{j=1}^n \sigma_{2j} \varepsilon_{2j} \\ W_3 = \sum_{j=1}^n \sigma_{3j} \varepsilon_{3j} \end{cases} \quad (2)$$

式中:  $W_1$ 、 $W_2$ 、 $W_3$  分别为水-冰相变冻胀力、热应力、气化膨胀力对煤体做的总功,  $J$ ;  $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ 、 $\sigma_3$  分别为相变冻胀力分力、热应力分力、气化膨胀力分力,  $MPa$ ;  $\varepsilon_1$ 、 $\varepsilon_2$ 、 $\varepsilon_3$  分别为煤体在  $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ 、 $\sigma_3$  作用下产生的应变,  $10^{-2}$ 。

煤体液氮浸没后骨架迅速降温, 热应力使得裂纹发育, 破裂“噼啪”声凸显。由于煤中组分基质分布差异, 各矿物成分冷缩率不同, 能量耗散引起结构损

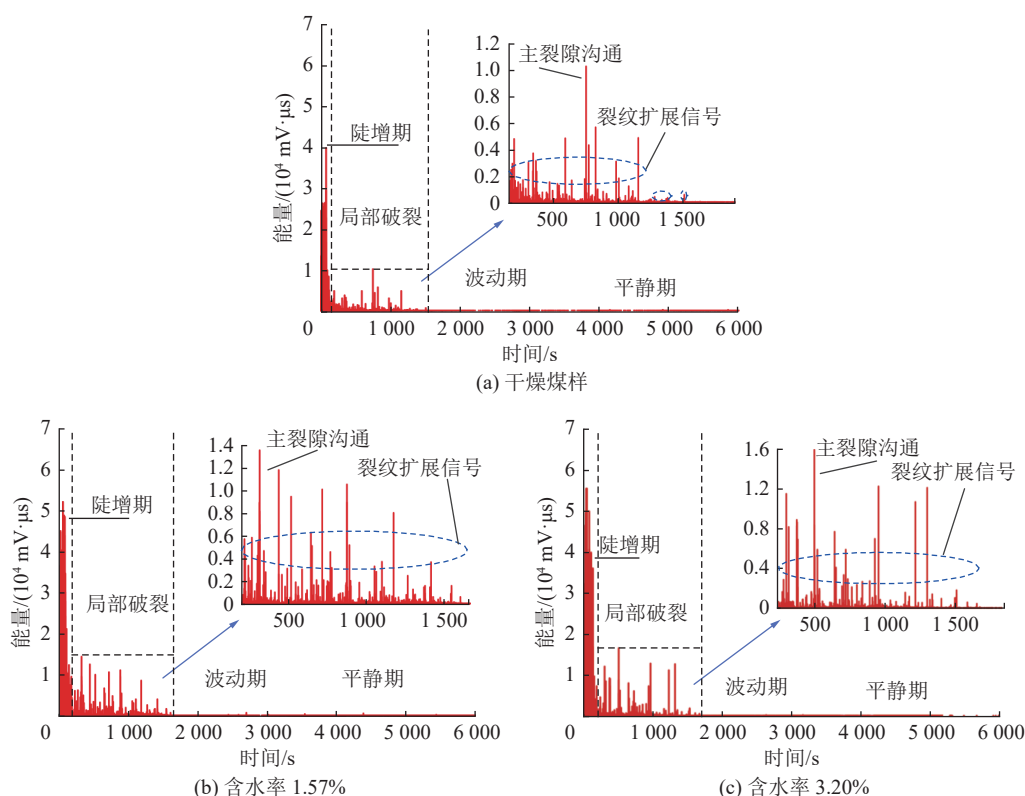
伤不同, 同时含水率差异导致煤体冻结过程能量变化不同。煤体塑性变形及内部损伤变形造成能量耗散, 局域源快速释放能量, 产生瞬态弹性波(超 40 dB)被声发射系统接收。采集到的声发射信号反映了煤体内部的损伤破坏情况, 与其内部原生裂隙扩展、新裂隙萌生、扩展、贯通等演化过程密切相关, 系统接收到能量耗散能量波信号结果如图 2 所示。

由图 2 可知, 不同含水率煤体液氮冻结过程中能量变化时序特征规律可分为 3 个时期: 陡增期、波动期、平静期。

1) 陡增期: 煤体被液氮浸没后, 能量耗散急剧增加, 声发射事件活跃, 声发射能量计数“陡增”达到最大值, 出现第一峰, 说明原有裂隙扩展, 新裂隙生成、扩展, 局部出现裂纹。

2) 波动期: 待液氮超低温向煤体内部传递, 声发射信号活跃性减弱, 声发射能量计数进入波动期。此阶段煤体能量耗散减小, 裂隙扩展萌生速度变缓, 但是间隔一段时间又出现突增点, 出现二次峰值, 说明煤样内部“热-冷”交汇面产生破裂区或裂隙相互贯通形成裂隙网络。

3) 平静期: 声发射事件较少发生且无增长趋势, 煤体能量耗散较小, 随着冻结时间增加趋于零。该阶段煤体温度趋于液氮温度, 对煤体内部黏聚力破坏能力减弱, 难以产生新的微裂隙或使原生孔隙、裂纹扩展, 煤体与液氮组成系统能量交换趋于平衡。



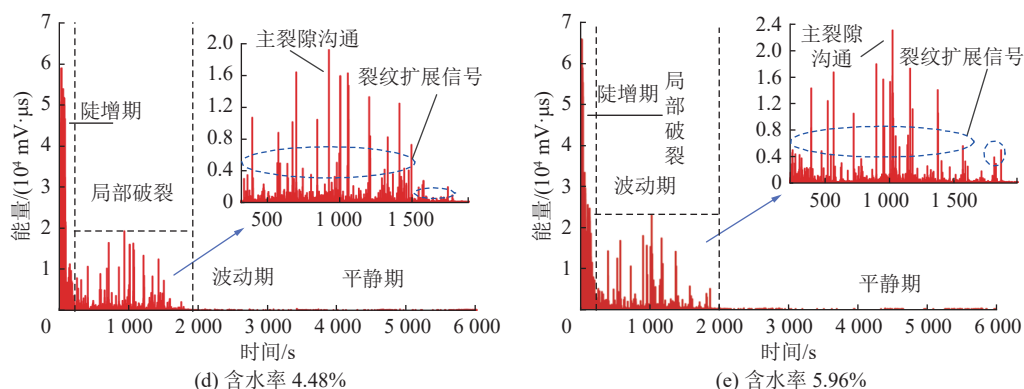


图2 煤体液氮冻结过程能量变化

Fig.2 Energy evolution of liquid nitrogen freezing process in coal

由液氮冻结煤体能量变化与含水率关系(如图3所示,  $E_{p1}$ 、 $E_{p2}$  分别为能量一次、二次峰值,  $\text{mV}\cdot\mu\text{s}$ ;  $w$  为含水率, %)可知, 不同含水煤体能量急剧变化出现的能量一次峰值, 随含水率增大呈正线性增加趋势, 含水率 5.96% 煤体为  $65\,535\text{ mV}\cdot\mu\text{s}$  是干燥煤体  $39\,541\text{ mV}\cdot\mu\text{s}$  的 1.66 倍。这表明煤体含水率增加, 相变冻胀力增大, 产生裂隙使得能量耗散量激增达到能量第一峰值, 冻结煤体损伤变形和塑性变形越大。

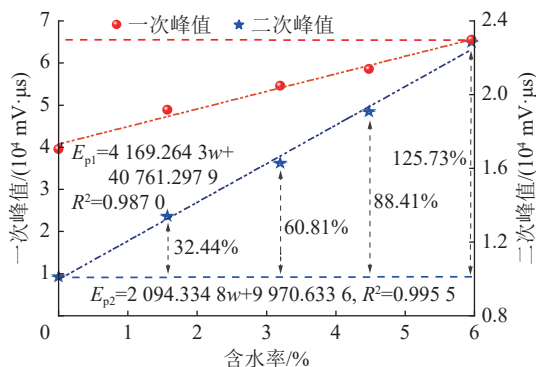


图3 液氮冻结煤体能量变化与含水率关系

Fig.3 Relationship between energy variation and moisture content of liquid nitrogen frozen

能量增加出现的第二峰值与含水率呈正线性关系, 含水率 1.57%、3.20%、4.48%、5.96% 相比于干燥煤体分别提高 32.44%、60.81%、88.41%、125.73%, 表明煤体含水率增大, 造成孔裂隙发育和萌生量增多, 能量耗散突增。

煤体冻结能量耗散陡增期与波动期的持续时间均随含水率增加而延长, 干燥、含水率 1.57%、3.20%、4.48%、5.96% 的煤体分别在 1505、1598、1688、1775、1872 s 之后进入平静期, 能量耗散趋于 0, 不同含水率煤体冻结全过程有效时间对于液氮致裂增透工艺参数(如冻结时间等)确定具有一定参考意义。

## 2.2 液氮冻结煤体累计能量耗散变化规律

由图4及表2可知, 液氮冻结煤体过程中声发射累计能量随时间增加呈现陡增、缓慢增长、稳定等3个阶段, 如干燥煤体, 205 s 之前为陡增阶段, 累计能量达到  $1\,925\,998\text{ mV}\cdot\mu\text{s}$ ; 205 ~ 902 s 为缓慢增长阶段, 累计能量从  $1\,925\,998\text{ mV}\cdot\mu\text{s}$  到  $2\,054\,447\text{ mV}\cdot\mu\text{s}$ ; 902 s 之后为稳定阶段, 累计能量为  $29\,241\text{ mV}\cdot\mu\text{s}$  变化很小。

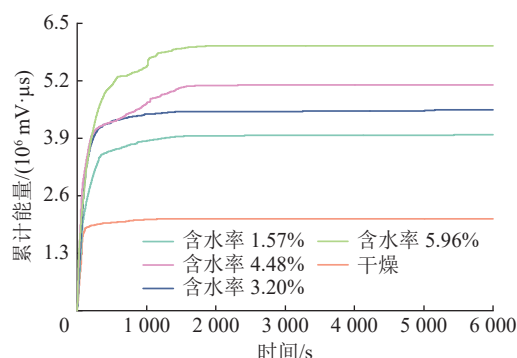


图4 液氮冻结不同含水煤体累计能量与时间关系

Fig.4 Cumulative energy versus time for freezing coal bodies with different water contents by liquid nitrogen

由表2及图5( $E_{t1}$ 、 $E_{t2}$ 、 $E_{t3}$  分别为陡增阶段、缓慢增长阶段、稳定阶段累计时间, s)可知, 随着煤体含水率的增加, 陡增阶段、缓慢增长阶段时间呈线性增加关系, 如含水率 5.96% 的煤体分别是干燥煤体的 3.07、1.77 倍; 稳定阶段时间呈线性减小关系。由图6( $C_E$  为累计能量,  $\text{mV}\cdot\mu\text{s}$ ;  $M_E$  为含水煤体与干燥煤体累计能量的倍数)可知随着煤体含水率的增加, 能量耗散呈线性增大, 含水率 5.96% 的煤体是干燥煤体的 2.88 倍。说明煤体含水率越大, 冻结过程冻胀力与热应力双重作用越强, 能量耗散越大, 对结构破坏程度越大。

表 2 液氮冻结含水煤体累计能量阶段划分参数

Table 2 Liquid nitrogen freezing water-bearing coal body cumulative energy stage division parameters

煤样	累计时间/s			累计能量/(mV·μs)		
	陡增阶段	缓慢增长阶段	稳定阶段	陡增阶段	缓慢增长阶段	稳定阶段
干燥	≤205	205~902	>902	1 925 998	2 054 447	2 083 688
含水率 1.57%	≤378	378~1 257	>1 257	3 546 748	3 902 180	3 986 231
含水率 3.20%	≤448	448~1 370	>1 370	4 243 918	4 495 378	4 535 668
含水率 4.48%	≤564	564~1 594	>1 594	4 296 432	5 075 907	5 101 486
含水率 5.96%	≤629	629~1 863	>1 863	5 303 173	5 989 197	5 994 763

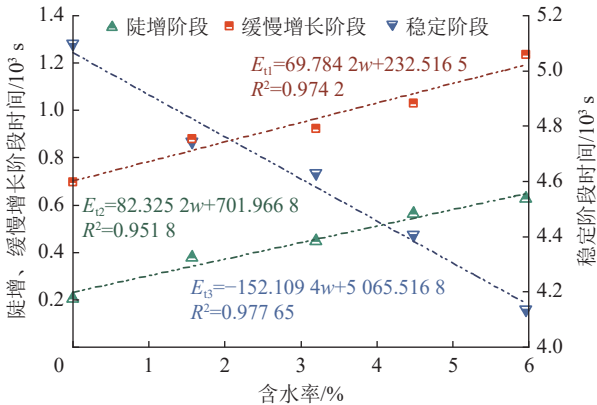


图 5 液氮冻结累计能量各阶段时间与含水率关系  
Fig.5 Cumulative time of freezing coal body with liquid nitrogen versus water content

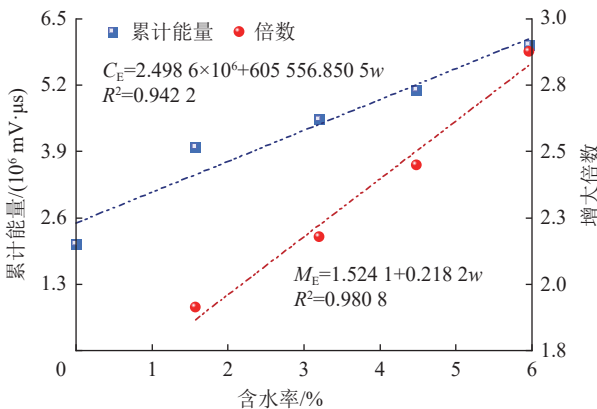


图 6 冻结全过程煤体累计能量与含水率的关系  
Fig.6 Relationship between cumulative energy and water content of coal body during the whole freezing process

2.3 液氮冻结煤体幅值变化规律

由液氮冻结煤体声发射幅值变化、各幅值区间占比拟合公式(图 7、表 3)可知,不同含水率煤体幅值绝大部分集中在 40~50 dB,占比为 94.39%~

99.11%,且随着煤体含水率的增加呈线性减小规律;其它阶段的幅值占比相对较少,随煤体含水率增大,幅值 50~60 dB、60~70 dB、70~80 dB 区间占比呈正线性增大,幅值 80~90 dB、>90 dB 区间占比随含水率增大呈指数型增长。

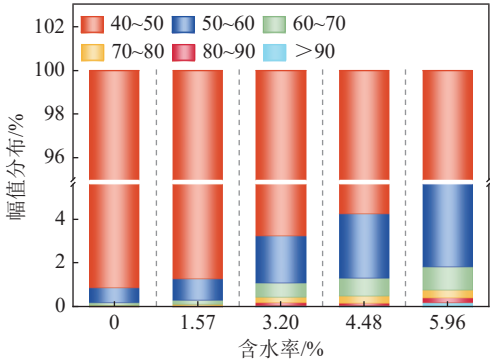


图 7 冻结不同含水率全过程声发射幅值分布  
Fig.7 Distribution of AE amplitude during the whole process of freezing with different water content

表 3 声发射幅值区间占比与含水率拟合参数

Table 3 Fitting parameters for the percentage of acoustic emission amplitude interval and water content

因变量	幅值区间	拟合方程	相关系数
幅值区间占比	40~50	$R_{dB} = -0.008 3w + 0.994 8$	0.972 9
	50~60	$R_{dB} = 0.005 5w + 0.004 4$	0.975 5
	60~70	$R_{dB} = 0.001 7w + 6.706 7$	0.964 1
	70~80	$R_{dB} = 6.098 5w + 1.977 0$	0.941 3
	80~90	$R_{dB} = 2.666 7e^{3.650w}$	0.945 9
	90~99	$R_{dB} = 1.637 7e^{0.415 8w}$	0.892 3

3 试验结果分析

3.1 液氮冻结煤体能量耗散关联维数

关联维数作为一种对系统的时间序列行为反应灵敏的分形维数,煤岩声发射关联维数值作为内部微裂纹无序性的度量,可以反映微破裂能量的演化规律<sup>[17]</sup>。因此,本文采用 Grassberger 和 Procaccia 提出的 G-P 算法中的关联维数。

声发射振铃计数与煤岩内部发生的位错滑移、夹杂物和矿物颗粒剥离以及裂隙扩展所释放的能量对应成比例<sup>[18]</sup>,以液氮冻结煤体过程声发射振铃计数序列为研究对象,则能量序列对应一个容量为  $n$  的序列集  $[x_1, x_2, \dots, x_n]$ 。先选择  $m(m < n)$  个数据点,记为相空间中的第一个相点  $X_1$ ,然后去掉  $x_1$ ,再依次向后取  $m$  个数据点记为  $X_2$ ,按照此方法可以构造出  $N = n - m + 1$  个相点,关联函数:

$$C(r) = \frac{1}{N^2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N H(r - |X_i - X_j|) (i \neq j) \quad (3)$$

式中:  $H$  为 Heaviside 函数,  $H(x) = \begin{cases} 1, & x \geq 0 \\ 0, & x < 0 \end{cases}$ ;  $C(r)$  为关联函数,  $r$  为相空间的观测尺度, 其中:

$$r(k) = k \frac{1}{N^2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N |X_i - X_j| \quad (4)$$

式中:  $k$  为观测系数。根据  $k$  取值的不同, 则每一个  $r$  值对应一个  $C(r)$ 。

如果存在关联函数  $C(r) \propto r^{D_c}$ , 则关联维数

$$D_c = \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\log_2 C(r)}{\log_2 r} \quad (5)$$

在双对数坐标下对点  $(r, C(r))$  进行线性拟合分析, 若存在相关性则回归线的斜率即为声发射振铃计数序列的关联维数  $D_c$ 。而相空间维数  $m$  根据几何不变量法来确定,  $m$  可分别取 2, 4,  $\dots$ , 20, 根据振铃计数所确定的尺度, 计算关联函数  $C(r)$  的变化情况。关联维数  $D_c$  随着相空间维数  $m$  的增加, 在一定范围内增加变缓, 则该相空间维数  $m$  最适合作为嵌入维数, 本文取  $m=8$  作为振铃计数序列的嵌入维数。

为了验证液氮冻结煤体过程中声发射振铃计数是否具有分形特征, 选取  $k=0.9, 1.8, 2.7, 3.6, 4.5, 5.4, 6.3, 7.2, 8.1, 9.0$  来计算相应的关联维数。如图 8 可知, 在不同含水率下, 声发射振铃计数的相关性系数分别为: 0.958 4、0.943 7、0.973 0、0.979 5、0.991 0, 说明所拟合的直线与原始数据具有很好的相关性, 即不同含水煤体液氮冻结破坏过程中的声发射振铃计数在时间序列上存在自相似特征, 具有分形特征。

图 9 为不同滑动采样窗口 (步长为 0) 下煤体冻结破坏全过程声发射关联维数与时间的变化曲线, 系列 1 的采样窗口为 100 s 内声发射计数, 系列 2 为 150 s, 系列 3 为 200 s, 系列 4 为 250 s, 4 个系列变化有相似趋势。由图 9 可知, 不同时间窗口关联维数曲线规律保持一致, 使用不同阶段时间为窗口计算不同含水率煤体液氮冻结过程关联维数。

由图 10 ( $D_{c1}$ 、 $D_{c2}$ 、 $D_{c3}$  分别为陡增、缓慢增长、稳定 3 个阶段的关联维数) 可知, 随着煤体含水率的增加, 陡增阶段关联维数呈正指数型增加, 如含水率 5.96% 的煤体是干燥煤体的 2.02 倍; 缓慢增长阶段、稳定阶段关联维数呈线性增加关系, 表明含水率越大煤体产生裂纹或发生局部破裂强度和持续时间增加, 声发射事件活跃, 能量耗散加剧。

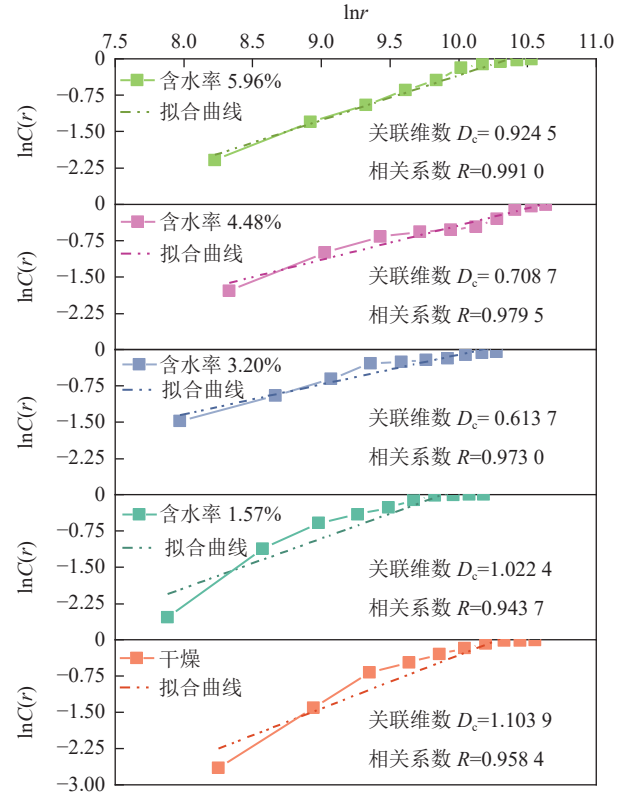


图 8 关联维数拟合曲线 (100 s)

Fig.8 Correlation dimension fitting curve (100 s)

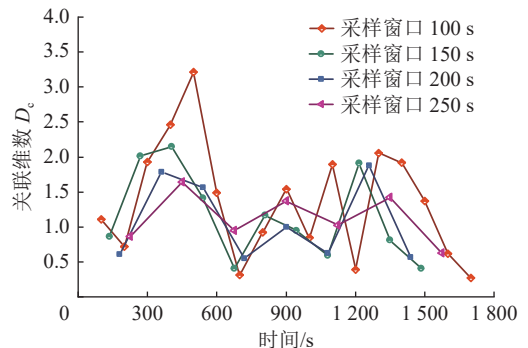


图 9 不同时间窗口关联维数与冻结时间关系曲线

Fig.9 Association dimension of different time windows versus freezing time

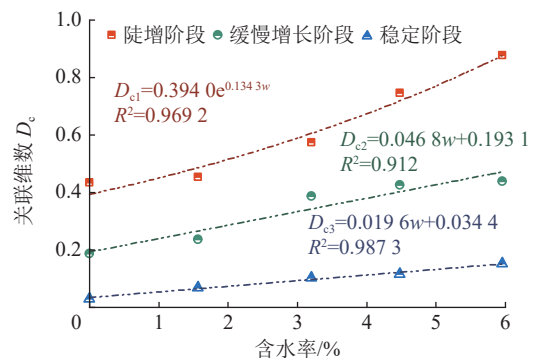


图 10 不同阶段液氮冻结煤体关联维数

Fig.10 Correlation dimension of coal body frozen by liquid nitrogen at different stages



煤体含水率一定,液氮冻结过程陡增阶段分形维数最大,缓慢增长阶段次之,稳定阶段最小,如含水率 5.96% 煤体陡增阶段关联维数分别是缓慢增长阶段、稳定阶段的 2.00、5.78 倍;干燥煤体陡增阶段关联维数分别是缓慢增长阶段、稳定阶段的 2.31、14.36 倍,含水率增加比值减小。表明含水率增加,缓慢增长阶段、稳定阶段内微小裂纹贯通形成较大裂纹程度增强,裂纹扩展发育的时间增加,能量耗散持续增加,进一步对煤体造成损伤。

### 3.2 液氮冻结含水煤体微裂隙破裂形态及特征

通过声发射特征参数 RA(上升时间/振幅比值)与 AF(平均频率)计算分析,判断液氮冻结煤体裂隙类型,进而分析能量变化规律差异,一般产生张拉破裂时,能量释放快,声发射波形上升时间短,上升角度大;剪切微裂隙发生时,骨架错动能能量释放相对缓慢,波形上升时间长,波形上升角度较小<sup>[19]</sup>。

图 11 为液氮冻结煤体 AF-RA 数据密度分布,其中红色区域数据密度较低,紫色区域数据密度最高。白色虚线方框内区域为主要高密度数据分布区域;黑色虚线( $AF = 66.67 RA$ )为确定高密度核心数据区域位置的参考线<sup>[20]</sup>,弹性波特征参数转换 RA-

AF 值位于该线右下方为剪切微裂隙产生波形,位于左上方为拉伸微裂隙产生波形。

由图 11 可知,高密度区域主要集中在黑色虚线左上方,由此推断液氮冻结不同含水率煤体主要产生拉伸裂隙;同时,随着煤体含水率增大,高密度范围向虚线左下方扩展,且扩展范围越来越大,即剪切裂隙产生的剪切波数量越来越多。图 12 可知,随煤体含水率增大,液氮冻结煤体拉伸裂隙占比呈负指数减小,剪切裂隙占比呈正线性增大。煤体中各矿物之间的物理力学性质有较大差异,液氮冻结干燥煤体时存在一定温差,产生热应力,使煤体各部分以及各矿物之间变形量不同,高温部分被低温部分收缩所拉伸,产生拉伸裂隙;低温的部分收缩受阻发生错动,产生剪切裂隙;当热应力大于煤体强度时,煤体产生破裂,由于液氮温度达  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,与原始煤体温度  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  之间温差极大,此时以拉伸裂隙为主(占比达到 75.85%)。当液氮冻结含水煤体时,煤体除了受热应力的影响,水冰相变产生冻胀力(以剪切裂隙为主)的影响开始增大;随着煤体含水率增大,冻胀力的影响逐渐增大,即剪切裂隙占比逐渐增加,当煤体含水率为 5.96% 时,剪切裂隙占比达 42.46%。

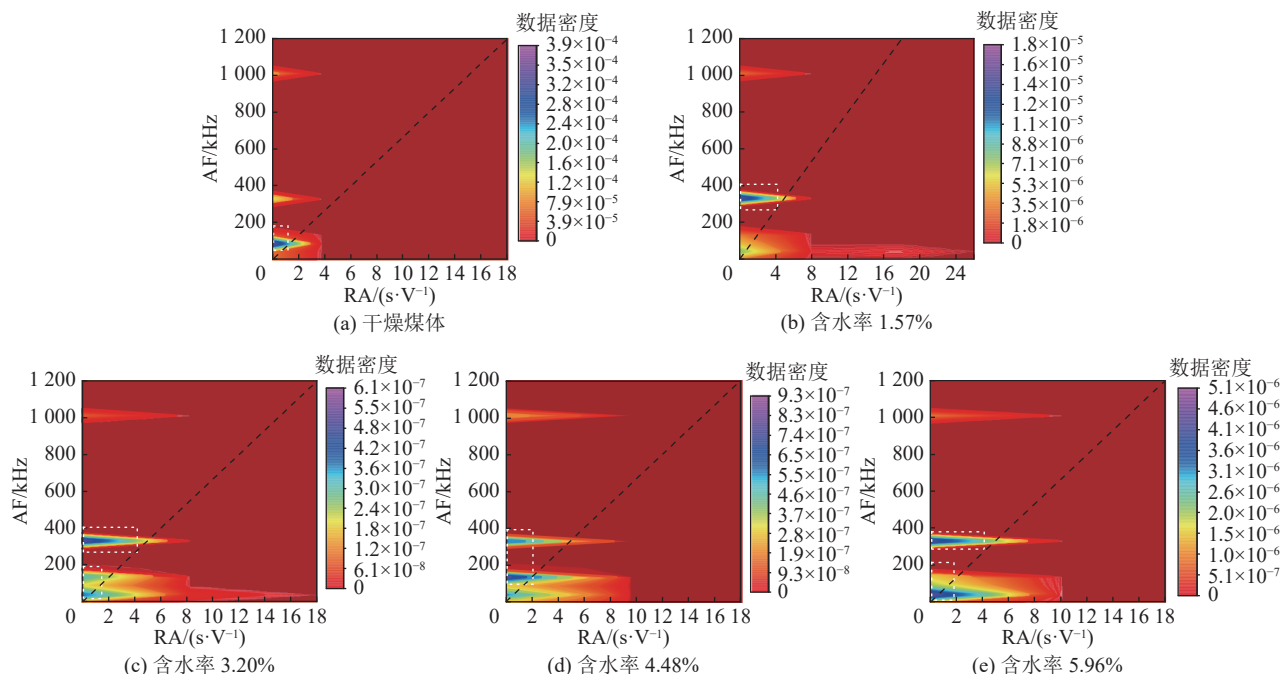


图 11 液氮冻结不同含水煤体 RA-AF 数据密度

Fig.11 RA-AF data density of liquid nitrogen freezing coal with different water content

### 3.3 液氮冻结含水煤体能量变化机理

煤是一种天然的割理、微裂隙和孔隙等缺陷结构发育的地质体,液氮冻结含水煤体,煤体内部温度梯度和煤基质与薄弱层、矿物质颗粒之间的热应力

失配,以及水冰相变产生的冻胀力和吸收煤体骨架热量液氮气化的膨胀力,使煤体骨架发生位错、滑移以及裂纹萌生、扩展发育,产生能量以瞬态弹性波形式被释放(图 13)。随着煤体含水率的增大,同幅值

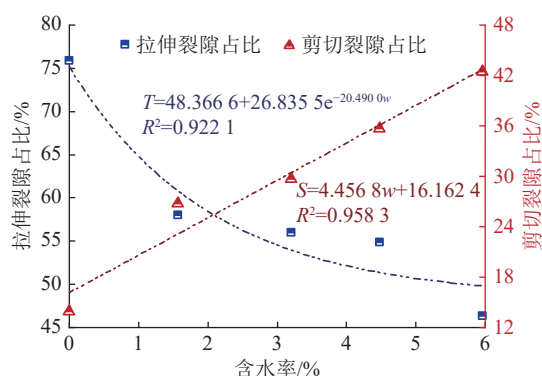


图12 不同含水煤体液氮冻结过程裂隙类型占比

Fig.12 Percentage of rupture crack types during liquid nitrogen freezing of coal with different water contents

弹性波衰减变慢或同等形式弹性波增多,促使微小孔隙的扩展、发育,裂隙尖端发育形成更多裂纹或促使内部孔径连通性增强,孔隙连通及裂纹贯通,破坏程度加大,能量耗散量增强。当煤体水分增大,强化了液氮冻结过程中水-冰相变产生的膨胀作用力,单

位体积水分子在水-冰相变后体积膨胀9.1%,理论上可产生211 MPa的冻胀力<sup>[21]</sup>,煤体裂隙水发生冻结逐渐形成冰塞,使裂隙应变急速上升、冻胀力骤然上升到最大<sup>[22]</sup>,裂隙尖端应力集中,促使煤体变形破裂与裂纹扩展、贯通,形成裂隙网络及较大裂纹,能量耗散量越大。

液氮超低温产生温度应力、气化膨胀力和水分的水冰相变冻胀力是影响致裂效果的外部因素,随着煤体含水率增加,水冰相变膨胀力作用逐渐凸显,煤体能量耗散诱导结构损伤更明显、贯通性加强,改善瓦斯在煤体内的运移通道,提高瓦斯抽采率。但不同含水煤体液氮冻结过程中不能直接检测结构损伤情况,可通过生发射能量反演,即冻结过程不同含水煤体能量耗散动态变化与煤体结构损伤和裂纹发育存在明显关系。因此,研发液氮冻结煤体全过程发射监测装置,实现了致裂效果的连续监测与评价,为确定液氮有效冻结时间等工艺参数提供一定依据。

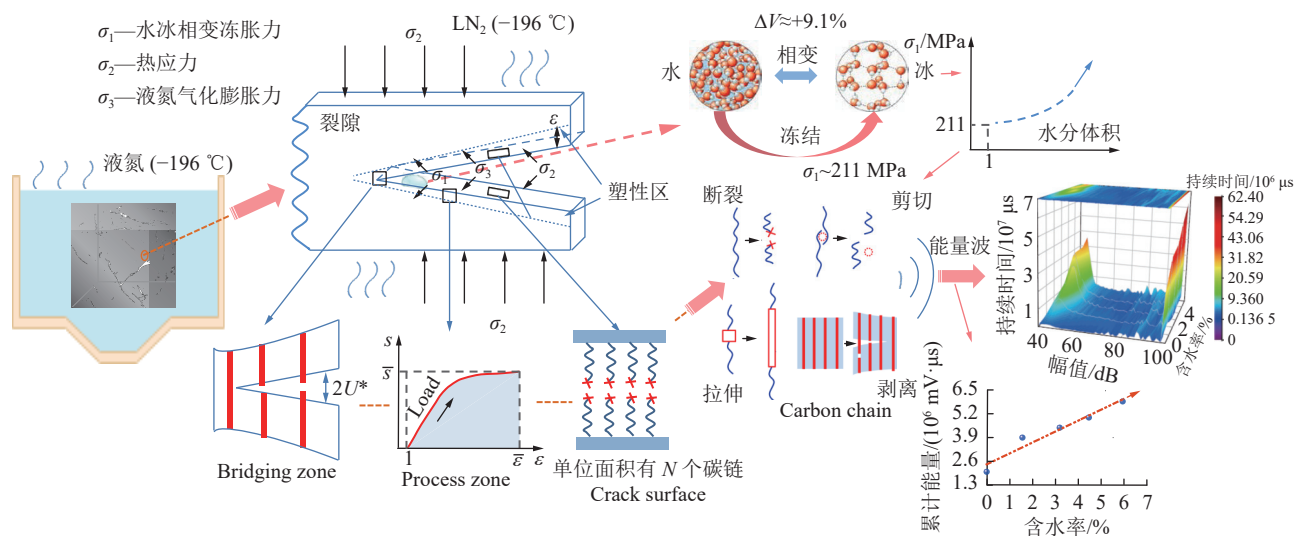


图13 液氮冻结含水煤体能量变化机理

Fig.13 Liquid nitrogen freezing water-bearing coal energy change mechanism diagram

## 4 结 论

1)液氮冻结不同含水率煤体过程中能量变化时序特征规律可分为三个时期:陡增期、波动期、平静期。一次、二次峰值与含水率正线性相关,二次峰值能量含水率5.96%煤体为22 844 mV·μs是干燥煤体10 120 mV·μs的2.26倍。

2)液氮冻结不同含水率煤体累计能量随时间增加呈现陡增、缓慢增长、稳定等3个阶段。累计能量随含水率增大而增加,煤体含水率5.96%时相比干燥煤体提高65.24%。幅值区间40~50 dB占比随含水率增大而减小。

3)煤体冻结煤体能量耗散过程适用于混沌分形维数存在关联维数,陡增阶段关联维数随含水率增加呈正指数型增加,缓慢增长阶段、稳定阶段关联维数呈线性增加关系。

4)液氮冻结煤体产生微裂隙类型以拉伸裂隙为主,其数量随含水率增加而减小,剪切裂隙数量随含水率增加而增加;当煤体水分增大,强化了液氮冻结过程中水-冰相变产生的膨胀作用力,冻结过程煤体能量耗散量增加。

5)冻结不同含水率煤体能量耗散动态变化与煤体结构损伤和裂纹发育存在明显关系,研发液氮冻

结全过程发射监测装置,得到不同含水煤体能量耗散随冻结时间变化可以反演煤体结构损伤和裂纹发育规律。

#### 参考文献(References):

- [1] 林海飞,李树刚,赵鹏翔,等.我国煤矿覆岩采动裂隙带卸压瓦斯抽采技术研究进展[J].煤炭科学技术,2018,46(1):28-35.  
LIN Haifei, LI Shugang, ZHAO Pengxiang, *et al.* Research progress on pressure released gas drainage technology of mining cracking zone in overburden strata of coal mine in China[J]. Coal Science and Technology, 2018, 46(1): 28-35.
- [2] 张春会,郭晓康,李和万,等.液氮溶浸对饱水煤裂隙扩展的影响研究[J].煤炭科学技术,2016,44(6):99-105.  
ZHANG Chunhui, GUO Xiaokang, LI Hewan, *et al.* Study on influence of liquid nitrogen infiltration to saturated water coal fracture expanded[J]. Coal Science and Technology, 2016, 44(6): 99-105.
- [3] Teneco Oil Company. Method of increasing the permeability of a subterranean hydrocarbon bearing formation: US3602310A[P]. 1971-08-31.
- [4] MCDANIEL B W, GRUNDMANN S R, KENDRICK W D, *et al.* Field applications of cryogenic nitrogen as a hydraulic-fracturing fluid[J]. *Journal of Petroleum Technology*, 1998, 50(3): 38-39.
- [5] GRUNDMANN S R, RODVELT G D, DIALS G A, *et al.* Cryogenic nitrogen as a hydraulic fracturing fluid in the devonian shale[C]//SPE Eastern Regional Meeting. Society of Petroleum Engineers. Pittsburgh, Pennsylvania: SPE, 1998: 1-6.
- [6] CHU Y P, ZHANG D M, LIU H, *et al.* Experimental study on mechanical properties, acoustic emission characteristics and energy evolution of coal samples after freezing with liquid nitrogen[J]. *Fuel*, 2022, 321(8): 123955.
- [7] 张磊,卢硕,唐俊,等.液氮溶浸时间对烟煤渗流特性的影响及传热过程模拟[J].采矿与安全工程学报,2021,38(6):1231-1239.  
ZHANG Lei, LU Shuo, TANG Jun, *et al.* Effect of liquid nitrogen immersion time on seepage characteristics of bituminous coal and simulation of heat transfer process[J]. *Journal of Mining & Safety Engineering*, 2021, 38(6): 1231-1239.
- [8] 周震,翟成.低温冻结石门揭煤煤体温度及力学性能变化规律研究[J].工矿自动化,2021,47(2):70-74.  
ZHOU Zhen, ZHAI Cheng. Study on the change law of temperature and mechanical properties of coal body in uncovering coal seam in low temperature freezing cross-cut[J]. *Journal of Mine Automation*, 2021, 47(2): 70-74.
- [9] HOU P, XUE Y, GAO F, *et al.* Effect of liquid nitrogen cooling on mechanical characteristics and fracture morphology of layer coal under Brazilian splitting test[J]. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 2022, 151(3): 105026.
- [10] 王菁瑞,赵耀江,李雨成,等.不同液氮致裂时间下煤样的力学性能、渗透性与致裂机理分析[J].煤炭科学技术,2023,51(6):101-110.  
WANG Jingrui, ZHAO Yaojiang, LI Yucheng, *et al.* Analysis of mechanical properties, permeability and fracturing mechanism of coal samples at different fracturing time of liquid nitrogen[J]. *Coal Science and Technology*, 2023, 51(6): 101-110.
- [11] CAI C Z, GAO F, LI G S, *et al.* Evaluation of coal damage and cracking characteristics due to liquid nitrogen cooling on the basis of the energy evolution laws[J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2016, 29(2): 30-36.
- [12] 楚亚培,张东明,杨瀚,等.液氮冻结和冻融循环作用下煤样力学特性试验研究[J].煤炭科学技术,2023,51(5):82-92.  
CHU Yapei, ZHANG Dongming, YANG Han, *et al.* Study on evolution law of mechanical properties of coal samples subjected to freezing and freeze-thaw cycles of liquid nitrogen[J]. *Coal Science and Technology*, 2023, 51(5): 82-92.
- [13] CONG Y Z, ZHAI C, SUN Y, *et al.* Visualized study on the mechanism of temperature effect on coal during liquid nitrogen cold shock[J]. *Applied Thermal Engineering*, 2021, 194(7): 116988.
- [14] 林海飞,李树刚,罗荣卫,等.一种液氮浸没煤样裂纹时空演化及力学参数测试实验装置[P].中国:CN113156079B.
- [15] 李庆文,高森林,胡露露,等.不同加载速率下非均质煤样能量耗散损伤本构关系[J].煤炭学报,2022,47(S1):90-102.  
LI Qingwen, GAO Senlin, HU Lulu, *et al.* Constitutive relation of energy dissipation damage of heterogeneous coal samples under different loading rates[J]. *Journal of China Coal Society*, 2022, 47(S1): 90-102.
- [16] 谢和平,鞠杨,黎立云.基于能量耗散与释放原理的岩石强度与整体破坏准则[J].岩石力学与工程学报,2005,24(17):3003-3010.  
Xie Heping, JU Yang, LI Liyun. Criteria for strength and structural failure of rocks based on energy dissipation and energy release principles[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2005, 24(17): 3003-3010.
- [17] 高保彬,李回贵,李林,等.同组软硬煤煤样声发射及分形特征研究[J].岩石力学与工程学报,2014,33(S2):3498-3504.  
GAO Baobin, LI Huigui, LI Lin, *et al.* study of acoustic emission and fractal characteristics of soft and hard coal L samples with same group[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2014, 33(S2): 3498-3504.
- [18] 刘慧,蔺江昊,杨更社,等.冻融循环作用下砂岩受拉损伤特性的声发射试验[J].采矿与安全工程学报,2021,38(4):830-839.  
LIU Hui, LIN Jianghao, YANG Gengshe, *et al.* Acoustic emission test on tensile damage characteristics of sandstone under freeze-thaw cycle[J]. *Journal of Mining & Safety Engineering*, 2021, 38(4): 830-839.
- [19] 王云飞,刘晓,王立平,等.加载速率和饱水对砂岩力学行为和微观损伤特征的影响[J].采矿与安全工程学报,2022,39(2):421-428.  
WANG Yunfei, LIU Xiao, WANG Liping, *et al.* Coupling effect of loading rate and saturated water on mechanical behavior and micro damage property of sandstone[J]. *Journal of Mining & Safety Engineering*, 2022, 39(2): 421-428.
- [20] DU K, LI X F, TAO M, *et al.* Experimental study on acoustic emission (AE) characteristics and crack classification during rock fracture in several basic lab tests[J]. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 2020, 133: 104411.
- [21] 楚亚培,张东明,王满,等.基于核磁共振技术和压汞法的液氮冻融煤体孔隙结构损伤演化规律试验研究[J].岩石力学与工程学报,2022,41(9):1820-1831.  
CHU Yapei, ZHANG Dongming, WANG Man, *et al.* Experiment study on influence of liquid nitrogen freeze-thaw on pore structure of coal based on nuclear magnetic resonance technology and mercury intrusion methods[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2022, 41(9): 1820-1831.
- [22] 田镇,李银平,王贵宾,等.饱水红砂岩裂隙冻胀力与变形试验研究[J].岩石力学与工程学报,2022,41(S1):2857-2868.  
TIAN Zhen, LI Yinping, WANG Guibin, *et al.* Experimental study on frost heaving force and deformation of water saturated red sandstone fractures[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2022, 41(S1): 2857-2868.