



冻融循环下页岩孔裂隙和渗透率演化特征研究

蒋长宝 李琳 殷文明 李佰城

引用本文:

蒋长宝, 李琳, 殷文明, 等. 冻融循环下页岩孔裂隙和渗透率演化特征研究[J]. 煤炭科学技术, 2023, 51(S1): 18–26.
JIANG Changbao, LI Lin, YIN Wenming. Research on evolution characteristics of shale pore–fracture and permeability under freeze–thaw cycles[J]. Coal Science and Technology, 2023, 51(S1): 18–26.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13199/j.cnki.cst.QNTK21-1135>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

黔西地区龙潭组煤系泥页岩孔隙结构及分形特征研究

Study on pore structure and fractal characteristics of shale from coal measures of Longtan Formation in western Guizhou
煤炭科学技术. 2020, 48(8): 184–190 <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/bcf0148f-3a81-441f-b9e2-c6865bb9677c>

黔北地区页岩孔隙结构特征及水渗流演化规律研究

Study on characteristics of shale pore structure and water seepage evolution laws in northern Guizhou
煤炭科学技术. 2020, 48(2) <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/d3da5962-39d5-4a4b-ab2e-877ea3a390a6>

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>

无烟煤和焦煤液氮冻融循环致裂效果对比试验

Contrast test of liquid nitrogen freeze–thaw cycle cracking effect between anthracite and coking coal
煤炭科学技术. 2020, 48(12) <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/8e8de07e-e56a-4036-8bf0-4473c07508e3>

沁水盆地东部武乡区块泥页岩孔隙结构特征研究

Study on pore structure characteristics of mud shale in Wuxiang Block of eastern Qinshui Basin
煤炭科学技术. 2020, 48(4) <http://www.mtkxjs.com.cn/article/id/55084485-c64f-4d35-8e21-34a9a6626615>

考虑动态滑脱的页岩微裂隙表观渗透率演化机制

Evolution mechanism of shale microfracture apparent permeability considering dynamic slippage
煤炭科学技术. 2023, 51(11): 129–138 <https://doi.org/10.12438/cst.2023-0090>



关注微信公众号，获得更多资讯信息



移动扫码阅读

蒋长宝, 李琳, 殷文明, 等. 冻融循环下页岩孔裂隙和渗透率演化特征研究[J]. 煤炭科学技术, 2023, 51(S1): 18–26.

JIANG Changbao, LI Lin, YIN Wenming, *et al.* Research on evolution characteristics of shale pore-fracture and permeability under freeze-thaw cycles[J]. Coal Science and Technology, 2023, 51(S1): 18–26.

冻融循环下页岩孔裂隙和渗透率演化特征研究

蒋长宝¹, 李琳¹, 殷文明², 李佰城¹

(1. 重庆大学 资源与安全学院, 重庆 400030; 2. 昆明理工大学 国土资源工程学院, 云南 昆明 650093)

摘要:页岩气储层具有超低渗特性, 液氮(LN₂)致裂作为一种很有前景的储层增透技术备受关注。以四川南部龙马溪组页岩为研究对象, 研究了含水页岩岩芯在受低温流体——液氮冻融循环下的物理响应。针对含水状态下的页岩进行LN₂冻融循环处理, 运用扫描电子显微镜(SEM)对LN₂冻融循环前后的页岩样品进行微观孔裂隙结构的定点观察, 采用数字图像处理技术和分形理论对同一位置的孔隙变化进行了定量化分析, 测试了孔隙度和渗透率, 运用计算机断层扫描(CT)展示了页岩样品随LN₂冻融循环的宏观断裂破坏过程, 探讨了液氮冻融的致裂机理。结果表明, 液氮冻融循环处理可以有效促进孔隙、裂隙的萌生和扩展。液氮冻融时页岩在热应力和冻胀力的作用下产生新裂纹, 随冻融循环次数的增多页岩孔裂隙稳定发展, 冻融循环下页岩孔隙度累积增长幅度为54.6%, 渗透率的提高非常显著(高达3个数量级)。

关键词:页岩; 液氮冻融循环; 孔隙结构; 渗透率; 分形理论

中图分类号: TE311

文献标志码: A

文章编号: 0253-2336(2023)S1-0018-09

Research on evolution characteristics of shale pore-fracture and permeability under freeze-thaw cycles

JIANG Changbao¹, LI Lin¹, YIN Wenming², LI Baicheng¹

(1. School of Resources and Safety Engineering, Chongqing University, Chongqing 400030, China; 2. Faculty of Land Resources Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

Abstract: Shale gas reservoirs have ultra-low permeability, and liquid nitrogen fracturing has attracted much attention as a promising reservoir permeability enhancement technology. This paper took the Longmaxi Formation shale in southern Sichuan as the research object, and studied the physical response of the water-bearing shale core under the freezing-thawing cycle of liquid nitrogen (LN₂), which was a cryogenic fluid. The LN₂ freeze-thaw cycle treatment was carried out for the shale in the water-bearing state, scanning electron microscope (SEM) was used to observe the microscopic pore and fracture structure of shale samples before and after the LN₂ freeze-thaw cycle, digital image processing technology and fractal theory were used to quantitatively analyze the pore-fracture changes at the same location, and then porosity and permeability tests were performed, computer tomography (CT) was used to show the macroscopic fracture failure process of shale samples with the LN₂ freeze-thaw cycle, finally discussed the cracking mechanism of liquid nitrogen freezing and thawing. The results showed that the liquid nitrogen freeze-thaw cycle treatment could effectively promote the initiation and expansion of pores and cracks. When the liquid nitrogen froze and thawed, the shale generated new cracks under the action of thermal stress and frost heave force, and the pores and cracks developed steadily increased with the number of freeze-thaw cycles. The cumulative increase in shale porosity under the freeze-thaw cycle was 54.6%, and the increase in permeability was very significant (up to 3 orders of magnitude).

Key words: shale; liquid nitrogen freeze-thaw cycle; pore structure; permeability; fractal theory

收稿日期: 2021-10-21

责任编辑: 朱恩光

DOI: 10.13199/j.cnki.cst.QNTK21-1135

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(52074044, 52274111)

作者简介: 蒋长宝(1982—), 男, 江苏兴化人, 教授, 博士生导师。E-mail: jcb@cqu.edu.cn

通讯作者: 殷文明(1984—), 男, 江苏南京人, 高级工程师, 博士。E-mail: 154632650@qq.com

0 引言

碳氢化合物资源长期以来是主要的能源^[1],然而,由于近年来开采常规油气藏的枯竭^[2],石油和天然气工业已将注意力转向非常规油气藏^[3]。其中页岩气是增长速度最快的来源,可能对未来天然气生产总量的增长贡献最大^[4]。

在实际开采过程中,无论是国外还是国内,遇到的最大问题就是页岩极低的渗透率^[5]。水力压裂是页岩气经济开采中的常用技术,它可以制造出具有足够渗透率的人工裂缝^[6]。然而,由于用水量、环境污染和地层破坏等负面影响,传统的大规模水力压裂最近几年受到越来越多的质疑^[7]。随开采技术的进步,除了常规增透手段的水力压裂外,液氮这一低温流体越来越多地应用于页岩气、煤层气的开采^[8]。主要致裂机理是 LN₂ 可以通过急剧冷却岩体来诱导热应力,并且超低温使岩体产生低温冻结,当 LN₂ 升温到储层温度时, LN₂ 蒸发,压力增加导致岩石内部裂缝更加发育,从而起到增透作用^[9-10]。

国内外学者在 LN₂ 致裂开采非常规天然气方面开展了大量研究。GRUNDMANN 等^[11] 对一口页岩井进行了 LN₂ 低温处理,该井页岩气流量增加了 8%,这是为数不多的关于 LN₂ 应用于页岩气开采现场实际的报道之一。JIANG 等^[12] 开展了一系列有关渗透率和强度特性的试验,指出 LN₂ 冷冲击可有效增加页岩孔隙空间, LN₂ 冷处理后,页岩的强度和脆性明显降低。CAI 等^[13] 使用扫描电子显微镜 (SEM) 和核磁共振 (NMR) 揭示 LN₂ 冷处理后岩石损伤的机理,他指出 LN₂ 冷处理可以扩大岩石样品中的原生裂纹,并产生新的微裂纹。QIN 等^[14] 用不同冻结时间、不同冻融循环次数、不同含水量的煤进行了测试,研究了 LN₂ 冻融煤后的岩石物理性质的变化,发现煤的孔隙结构、孔隙度和渗透率得到了不同程度的改变,冻融循环次数对煤的物理性质影响最大。翟成等^[15] 指出 LN₂ 循环致裂技术解决了 LN₂ 沿裂隙的泄漏补偿难题,可充分发挥 LN₂ 的低温冷冻作用。还有学者^[16-17] 在 LN₂ 冻融中结合氮气进行压裂,结果表明可取得更好的致裂效果。近几年计算机断层成像^[18] 被用来评估岩石三维变化。JIANG 等^[19] 利用计算机断层成像对煤和页岩在三轴应力条件下储层岩石中孔隙和裂缝的演化进行了研究。

以上的室内试验主要观察了 LN₂ 低温冷处理前后干燥试件的孔隙大小和分布、渗透率或力学性质变化等。自然状态下的页岩通常含有水分,但目前

对含水页岩冻融循环致裂增透效果研究成果较少。因此,笔者开展了低温 LN₂ 冻融循环下含水页岩孔隙和渗透率演化特征试验研究,首先基于 SEM,对多次 LN₂ 冻融过程中页岩微观孔隙结构变化进行定点观察和定量分析,研究低温 LN₂ 循环冻融下页岩孔隙度、渗透率变化,通过 CT 扫描展示试样的宏观断裂演化,最后从热应力和冻胀力 2 方面探讨致裂机理,以期对 LN₂ 致裂开采页岩气提供一定的理论支撑。

1 样品制备及试验方案

1.1 试件制备

本研究中使用的页岩样品取自中国四川盆地长宁地区下志留统龙马溪组,从龙马溪组野外露头采集岩样。在野外取样过程中首先剥离表层,确保取出的页岩整体结构完整、层理清晰、未风化。页岩样品运回实验室后,沿着平行层理面方向钻取岩心,并对端面进行研磨,最后对样品进行编号,将制备好的试样用保鲜膜包好备用。得到试验所用样品如图 1 所示,测得试样基本物理参数见表 1。

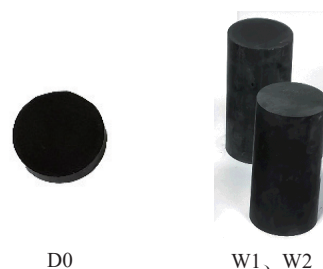


图 1 试验所用试件

Fig.1 Samples used in the test

表 1 试样基本物理参数

Table 1 Basic physical parameters of samples

试件编号	直径/mm	高度/mm	质量/g	密度/(g·cm ⁻³)
D0	10	3	0.58	2.453
W1	24.12	49.0	54.2	2.450
W2	24.21	50.7	56.4	2.456

1.2 试验方案

为了研究 LN₂ 冻融循环对页岩的致裂效果,设计了含水页岩样品的冻融循环试验,最大循环次数为 7 次,并在冻融循环 0、1、3、5、7 次后对液氮致裂效果进行表征,表征手段包括 SEM、CT 和孔隙度、渗透率分析。试验系统主要包括:液氮保温罐、台式扫描电镜和渗透率测试设备。试件编号为 D0 的试件用于 SEM 试验,在冻融 0、1、3、5、7 次后用该试

样进行电镜扫描。试件编号为 W1、W2 的试件用于渗透率测试,试件 W1 还进行了 CT 扫描试验。同时,在试验开始前通过 XRD 测试得到页岩矿物组成用于后续 LN₂ 对页岩的致裂机理分析。

1.3 试验步骤

试验具体步骤如下:

1) 将所有样品置于干燥箱中,并将温度设置为 60 ℃,干燥时间超过 24 h,每小时测一次质量,质量变化小于 0.01g 时,认为获得干燥岩样。

2) 进行渗透率测量和 SEM、CT 扫描拍摄。随后将试件在-0.1 MPa 气压下进行真空饱水 24 h。

3) 将含水试样放进装满 LN₂ 的保温罐中进行冷冻试验,时长为 30 min。到达设定的时间后将剩余 LN₂ 倒出,让岩石随着液氮罐恢复到室温,视为一次冻融循环。

4) 重复上述 3 个步骤,后续的渗透性试验和 SEM、CT 扫描试验分别在冻融 1、3、5、7 次后进行。

2 结果和讨论

2.1 试样矿物组成和热物理性质

通过 XRD 测试得到样品的 X 射线衍射光谱图如图 2 所示,得到所用试样矿物成分包括石英、钠长石、黏土、方解石、白云石、黄铁矿等,黏土矿物主要由伊利石矿物组成。经查阅得到矿物成分的热物理性质^[20],用于后续致裂机理分析,具体数值见表 2。

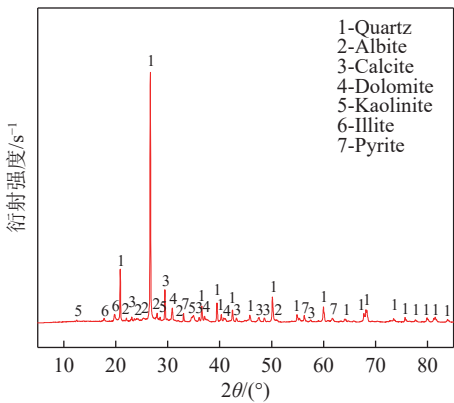


图 2 页岩 X 射线衍射光谱图
Fig.2 X-ray diffraction spectrum of shale

表 2 页岩矿物成分组成
Table 2 Mineral composition of shale

矿物成分	石英	钠长石	方解石	白云石	黄铁矿	高岭石	伊利石
热膨胀系数/ 10 ⁻⁶ ℃ ⁻¹	24.3	9.6	-3.2	3.2	27.3	9.13	9.13
质量分数/%	60	4	7.8	7.5	2.6	2.2	15.9

2.2 冻融循环后页岩孔裂隙结构演化

岩石内部有大量孔隙、裂隙,在 LN₂ 作用下各种结构处于不断演变中,使用扫描电镜对冻融循环下页岩的微观结构进行定点观察,用与对比 LN₂ 处理前后的页岩的微观结构变化。实现定点观察的具体操作为:把试样 D0 放进扫描电镜的样品室,在较低的放大倍数下选取 2 个代表性区域,标记为区域 1 和区域 2(图 3)。这 2 处不仅包含了页岩孔裂、裂隙系统,而且特征明显,方便 LN₂ 处理后寻找同一点进行定点电镜扫描。试验中,首先放大扫描倍数进行 SEM 扫描,获得初始状态下的图片;然后进行一次 LN₂ 冻融循环,干燥后再次放进扫描电镜样品室,在较低倍数下反复对比寻找标记的区域 1、区域 2 的大概位置,确认位置后,放大倍数进行微观拍摄;最后重复上述操作,直至完成试验。

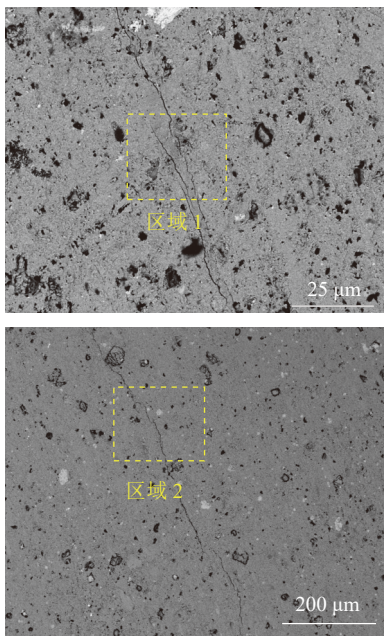


图 3 岩石区域 1、区域 2 在低倍数下的电镜图片
Fig.3 Electron microscope pictures of rock area 1 and area 2 at low magnification

电镜扫描试验结果如图 4、图 5 所示,由图 4、图 5 可以看出,试验所用页岩整体结构致密,表面存在较多微裂缝和微孔。由于在微观状态下再次定位到同一位置有极大困难,所展示的不是全过程的微观结构变化。图 4 主要展示了页岩冻融一次后的微观结构变化,图 5 展示了冻融 0、3、5、7 次后的结果。但从整体来看,试验结果有力证明了 LN₂ 冻融对页岩微观结构的改变,连通了气体的流动通道。详细的试验结果如下。

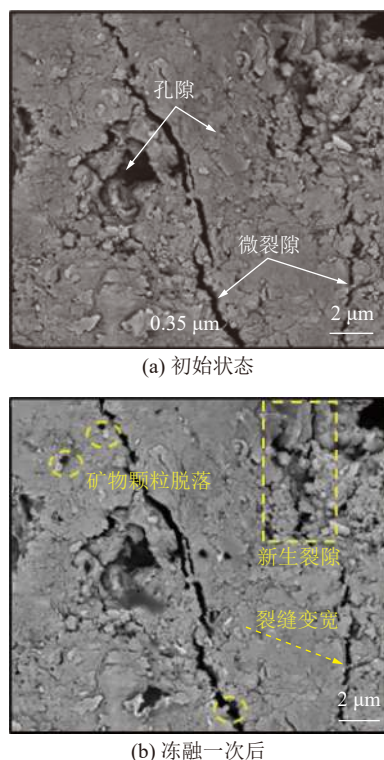


图 4 岩石区域 1 在冻融一次后微观结构变化
Fig.4 The microstructure of rock zone 1 changes after one freeze-thaw cycle

从研究区域 1(图 4a)发现初始状态下页岩表面微孔、微裂隙发育,微裂缝形态为狭缝,部分张开但不连通。在图 4b 中,观察到冻融一次后,黄色虚线指示区域发生了萌生新裂隙、裂缝变宽、矿物脱落等

微观变化。

从研究区域 2(图 5)中,可以观察到更为全面的变化,原生的裂缝在热应力和冻胀力的共同作用下,扩展延伸进而互相连通。微观状态下页岩孔隙、裂隙随 LN_2 冻融循环的具体变化为:与初始状态对比,冻融循环 3 次后,页岩表面产生了新孔隙,同时观察到裂缝边缘有明显的水变为冰后体积膨胀造成的矿物脱落,电镜图像中上方的微裂隙向下延伸,右下方微裂隙向上延伸,并与中间裂隙连通,已贯通的裂缝将利于气体流动。

从 LN_2 冻融循环后样品孔隙结构整体变化情况来看,冻融循环作用对孔隙结构的演化具有积极影响,产生的新孔隙和裂隙对页岩孔裂隙网络的连通性具有明显的促进作用。

2.3 孔裂隙结构随液氮冻融循环演化的定量分析

岩体的渗流特性与其孔裂隙结构密切相关。当岩体内部孔隙、裂隙的尺度和分布改变时,其内部流体的运移也随之改变。基于 SEM 和数字图像处理的方法,利用开源软件 Image J 对每次冻融后基质中孔裂隙进行识别和提取^[21],进行了面孔隙度和分形维数的计算以定量表征 LN_2 冻融循环下的孔裂隙变化。为了准确提取孔隙结构,通过比较多种分割模式,采用全局阈值法,通过反复调试,结合电镜的视觉观察,确定图像的分割阈值,最终得到二值化图像如图 5 所示。

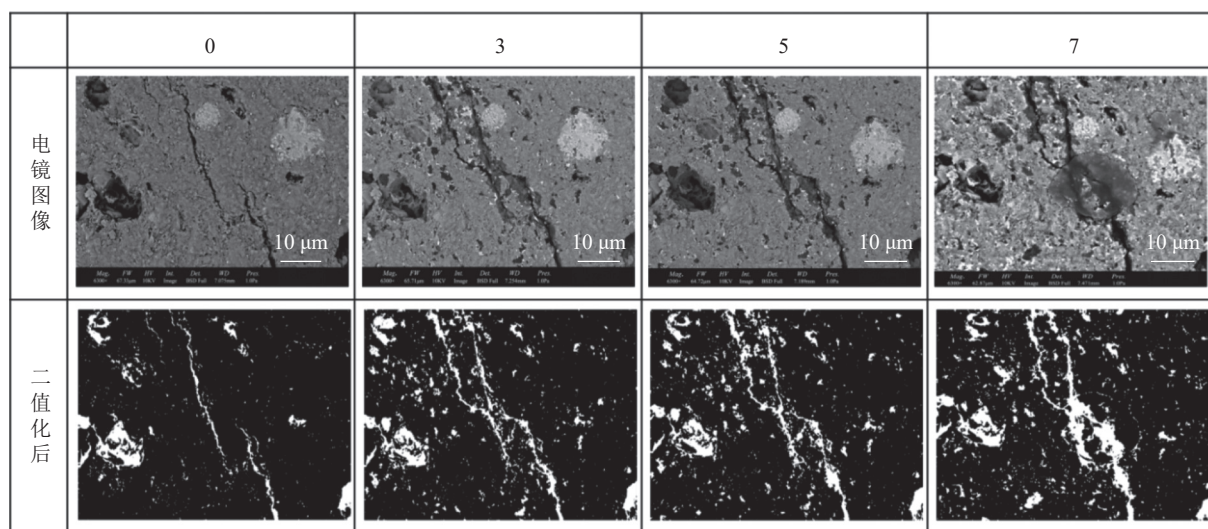


图 5 岩石区域 2 微观结构随 LN_2 冻融循环次数变化
Fig.5 The microstructure of rock zone 2 changes with the number of freeze-thaw cycles of liquid nitrogen

面孔隙度(图中白色部分面积与整个图像面积比值)是评价样品表面裂隙分布情况的,反映了孔隙占总面积的比重。分形维数是多孔介质的“固有特

征”之一^[22],在二维空间中分形维数介于 1~2,值越接近 2 表示几何体分形特征越明显,由图像计算的分形维数数据是孔隙分布分形维数^[23]。“盒计数”是

一种计算图像数据分形维数的成熟方法,它量化了物体几何细节,被越来越多地用到孔裂隙结构复杂性的表征上。分形维数的计算公式见式(1),其中 s 为盒子的边长, $N(s)$ 为盒子数量,计算结果如图 6 所示,通过拟合 $\ln N(s)$ 和 $\ln s$ 的线性关系,以直线的斜率作为分形维数^[24]。面孔隙度及分形维数具体数值见表 3。

$$D_f = -\lim_{s \rightarrow 0} \frac{\ln N(s)}{\ln s} \quad (1)$$

图 7 显示了岩样面孔隙度、分形维数随冻融循环次数的变化情况。对于含水状态下 LN_2 处理的试件,面孔隙度由初始的 6.49% 增长到 13.87%。根据分形维数计算结果,发现试件在冻融 3 次后分形维数由 1.258 上升到 1.364,随后缓慢上升至 1.424。面

孔隙度和分形维数的变化情况都表明,孔隙裂隙随冻融循环次数的上升进一步发育。

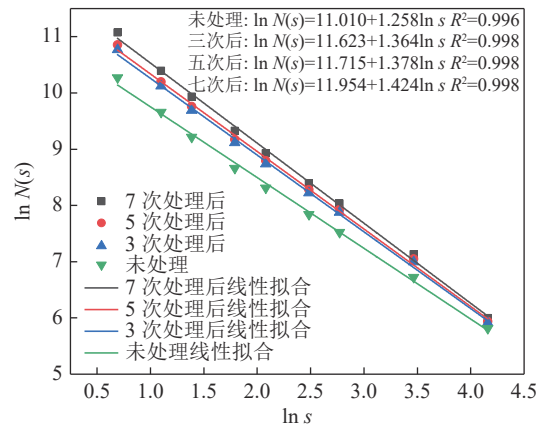


图 6 样品孔隙结构的分形维数

Fig.6 Fractal dimensions of pore structures of sample

表 3 页岩面孔隙度、分形维数

Table 3 Shale surface porosity and fractal dimension

冻融次数	电镜下图像面积/ μm^2	孔隙面积/ μm^2	面孔隙度/%	分形维数拟合公式	分形维数	R^2
0	2 920.78	189.67	6.49	$y=-1.258x+11.01$	1.258	0.997
3	2 803.19	309.582	11.04	$y=-1.364x+11.62$	1.364	0.998
5	2 994.11	336.90	11.44	$y=-1.378x+11.71$	1.378	0.998
7	3 146.64	436.475	13.87	$y=-1.424x+11.95$	1.424	0.998

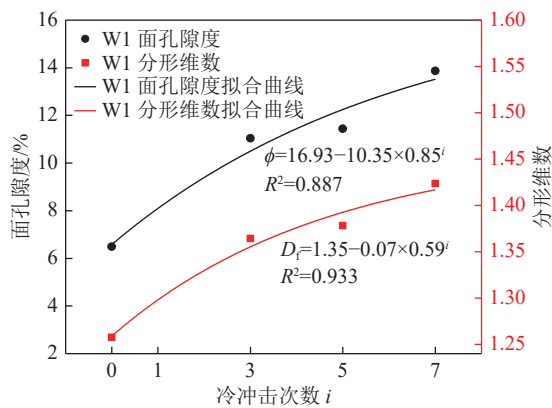


图 7 岩石面孔隙度、分形维数随 LN_2 冻融循环次数变化

Fig.7 The porosity and fractal dimension of rock face change with the number of freeze-thaw cycles of liquid nitrogen

2.4 液氮循环冻融下页岩的孔隙度、渗透率演化

孔裂隙结构的变化会影响页岩整体孔隙度和渗透率的变化,进而影响开采效果。用试件 W1、W2 对页岩在 LN_2 冻融循环情况下的孔隙度、渗透率演化进行了研究,得到的孔隙度、渗透率测试结果见表 4。

在页岩饱水过程中涉及到了页岩的水化,水化

作用与黏土矿物组成密切相关,伊利石含量高的页岩在水的影响下孔隙结构改善空间有限^[25]。笔者做了一组对照试验,对照组在饱水 0、1、3、5、7 次后测得的渗透率为 6.42×10^{-19} 、 4.46×10^{-17} 、 7.25×10^{-17} 、 9.39×10^{-17} 、 $1.04 \times 10^{-16} \text{m}^2$,可见水引起的渗透率变化比冻融循环引起的变化小。为了单纯表征冻胀力和热应力影响,定义渗透率相对增长率 λ_T^i ,如式(2)。

$$\lambda_T^i = \lambda_{\text{LN}_2}^i - \lambda_s^i \quad (2)$$

$$\lambda_{\text{LN}_2}^i = \frac{k_{\text{LN}_2}^i - k_{\text{LN}_2}^0}{k_{\text{LN}_2}^0} \quad (3)$$

$$\lambda_s^i = \frac{k_s^i - k_s^0}{k_s^0} \quad (4)$$

式中: i 为 LN_2 冻融循环次数 ($i=1, 3, 5, 7$); $\lambda_{\text{LN}_2}^i$ 为冻融 i 次后 W1 和 W2 页岩渗透率增长率; λ_s^i 为水饱和 i 次后的页岩渗透率增长率; $k_{\text{LN}_2}^i$ 为冻融 i 次后 W1 和 W2 平均渗透率; $k_{\text{LN}_2}^0$ 为初始状态 W1 和 W2 平均渗透率; k_s^i 为对照组饱水 i 次后试件渗透率; k_s^0 为对照组初始试件渗透率。

按照式(2)一式(4)计算,最终得到的 LN_2 冻融循环条件下渗透率相对增长率(表 4)。

表 4 页岩孔隙度、渗透率
Table 4 Shale porosity and permeability

冻融次数	孔隙度/%	增长率/%	渗透率/ μm^2	相对增长率/%
0	4.62	—	6.61×10^{-19}	—
1	6.63	43.54	1.32×10^{-16}	13 012.66
3	6.70	45.06	1.61×10^{-16}	13 100.61
5	6.94	50.18	2.38×10^{-16}	21 383.47
7	7.14	54.60	6.48×10^{-16}	81 865.77

图 8 和图 9 是页岩在不同 LN_2 冻融次数下的孔隙度、渗透率的变化图,从图 8 和图 9 可以看出,随着冻融循环次数的增加,孔隙度和渗透率均逐渐增大。试件 W1、W2 平均孔隙度从初始状态下的 4.62% 逐渐增长到 7.14%,增加了 54.6%,平均渗透率从 $6.61 \times 10^{-19} \text{m}^2$ 逐渐增长到 $6.48 \times 10^{-16} \text{m}^2$,渗透率随 LN_2 冻融循环次数呈指数增长,增长了 3 个数量级。结合之前的分析,多次 LN_2 冻融对透气性增加的影响比单次更明显,冻融循环可以增加页岩的孔隙度,促进微孔、微裂隙的萌生,含水页岩在 LN_2 冻融下,裂隙最终发生了贯通,这些都极大的增加了气体的渗流通道,显著的提高了页岩的渗透性。

2.5 页岩样品的 CT 扫描图像变化

图 10 是在处理前和处理后对试样 CT 扫描得到的同一截面的 2D 切片图像,以确定每个处理周期前后是否存在裂纹。显然,从图 10 可以看出,低温 LN_2 处理使页岩发生了断裂,样品在初始状态下(图 10a),岩样二维层析图像中没有观察到原始的贯穿裂缝,只有分散的矿物颗粒和页岩基质。对于含水页岩试件,试件受水的影响,各方面性能减弱,页岩薄弱层理面连接更加疏离,在 LN_2 冻融下,水冰相变使得页岩在弱面产生裂纹。 LN_2 冻融一次后,在

2D 切片(图 10b)观察到 2 条可见的裂纹,裂纹从试件边缘萌生,中间暂未连通,此时渗透率大幅度增加;在下一个循环的 LN_2 冻融中,裂纹继续向岩心内部扩展,渗透率增长缓慢;在第五次 LN_2 冻融后在累积损伤的作用下产生新裂纹;在七次 LN_2 冻融后裂纹不断扩展延长,产生更明显的微裂缝。

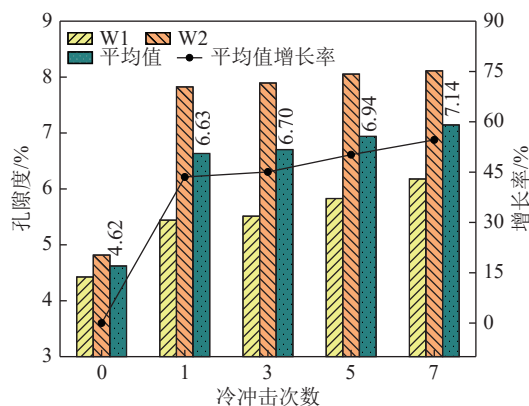


图 8 页岩孔隙度随 LN_2 冻融循环次数变化

Fig.8 Shale porosity changes with the number of liquid nitrogen freeze-thaw cycle

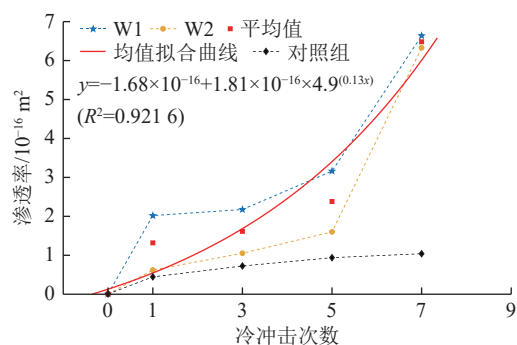


图 9 页岩渗透率随 LN_2 冻融循环次数变化

Fig.9 Shale permeability changes with the number of liquid nitrogen freeze-thaw cycle

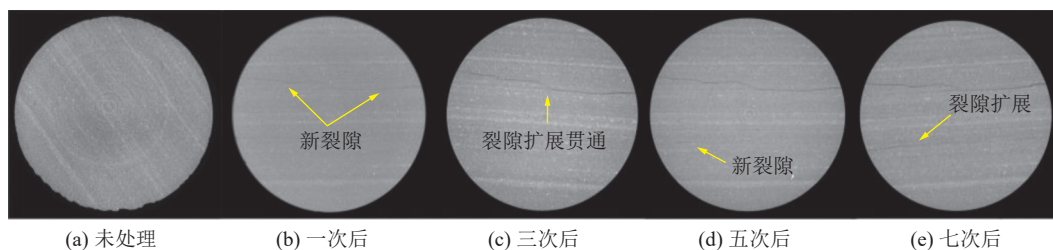


图 10 CT 扫描图像下页岩随 LN_2 冻融循环次数的变化

Fig.10 The changes of shale with the number of freeze-thaw cycles of liquid nitrogen in CT scan images

2.6 讨论

结合 SEM 和 CT 扫描结果来看, LN_2 冻融循环对样品的孔裂隙结构演化具有正向影响,特别是对连通性具有明显的促进作用。同时试验结果表明渗

透率随 LN_2 冻融循环次数呈量级增长,远大于孔隙度变化幅度。这主要是因为页岩属于致密储层,基质渗透率极低,页岩渗透率主要受储层连通性、孔隙、微裂缝发育程度等因素影响,和孔隙度之间呈现微

弱的正相关关系^[26], 连通性对渗透率的增长贡献程度远大于孔隙度的影响。

在未冻融时, 页岩基质密实, 孔隙度、渗透率较小。页岩冻融一次后, 微观下观察到页岩新孔隙萌生, 原生裂隙变宽延长; 宏观下观察到页岩沿层理面冻胀开裂, 冻融破坏效果明显, 连通性增强。随冻融次数增加孔隙、裂隙继续发育但总体趋于缓和, 第一次冻融贡献了大部分的孔隙度增长 (43.54%) 和渗透率增长 (3 个数量级), 随后在循环冻融的作用下, 渗透率因新生裂纹的出现, 持续增加, 但总体没有超过 3 个数量级。在实际开采过程中, 应结合储层条件, 合理设计开采方案, 达到经济效益的最大化。

3 致裂机制

岩石是一种导热系数低的材料, 矿物成分的热膨胀系数存在差异, 表 1 展示了页岩矿物的热膨胀系数。石英的热膨胀系数大约为 $24.3 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 白云石热膨胀系数为 $3.2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 意味着在降低相同温度时石英的收缩量最大为白云石的 7.59 倍。在 LN_2 接触页岩时, 由于页岩内部各矿物收缩量的不相同, 矿物成分间处于互相约束的状态, 从而产生热应力^[12], 同时水变成冰产生 9% 体积膨胀以及未冻水迁移, 引发冻胀力^[27]。在二者作用下引起裂隙尖端的应力强度因子达到材料的断裂韧度, 会驱动岩体的裂隙扩展^[28]。在热应力的作用下页岩试件外部区域受拉应力, 拉应力随冷却时间的延长而增大, 快速冷却过程中的损伤主要发生试件外缘^[10]。随着循环次数的增加, 在页岩上反复产生热应力, 颗粒之间原本强大的胶结或结晶连接被破坏, 产生新的微孔^[29]。冻胀力是与岩石和冰的力学参数以及裂隙几何参数有关的复杂变量, 其量值及裂隙冻融开裂扩展机制都是研究冻岩过程中亟待解决的关键问题, 刘泉声^[30]等建立了封闭裂隙中冻胀力演化模型, 冻胀力随岩石弹性模量 E 增加而迅速增大, 当某种岩石 $E > 30 \text{ GPa}$ 且在饱和状态下就会产生超过 50 MPa 的冻胀力, 足以驱动任何岩体冻胀开裂。

综合前面孔隙度、渗透率、CT 切片结果, 在 LN_2 冻融循环期间页岩的变形与破坏本质上表现为新孔隙的产生、微观裂纹的扩展加宽。如图 11 示意图所示, 在页岩第一次冻融循环后, 试样萌生了新孔隙、裂沿着本身的薄弱层理面发生了开裂, 孔隙度、渗透率快速增加。在随后的几次冻融循环后, 页岩渗透率和孔隙度的增加幅度变缓, 说明页岩孔裂隙扩展量变小。事实上, 冻胀力主要来源于体积膨胀

机制, 裂隙的密封条件决定了冻胀力的形成和强弱^[28]。在第一次冻融后页岩岩体出现较大程度的破坏, 孔裂隙连通性增加。在下一次的冻融中, 在裂隙水结冰初期, 冰层较薄, 冻结的岩体介质中冰岩界面间存在着一层未冻水膜, 未冻水膜的存在为水分迁移提供了通道, 部分水在冰层的薄弱处被挤出释放 (图 11), 因此冻胀力基本没有增长。文献 [31] 也提到随着冻融循环次数增加, 峰值冻胀力呈指数函数形式减小。在低于 10^{-18} m^2 渗透率岩石中裂隙水冻结会产生较大的冻胀水压力, 容易引起裂隙冻胀扩展, 甚至导致整个岩体的冻裂破坏, 渗透率大于 10^{-16} m^2 的岩石中, 低温冻结难以形成足够的冻胀力。随着冻融循环的进行, 水冰相变膨胀和基质收缩的重复导致岩石中应变的累积, 岩心内部即发生以微裂纹为主的冻结损伤, 随着冻融循环次数的增加, 这种损伤逐渐积累并发展直至演变为微裂缝, 使得渗透率在多次 LN_2 冻融后大幅度增长。

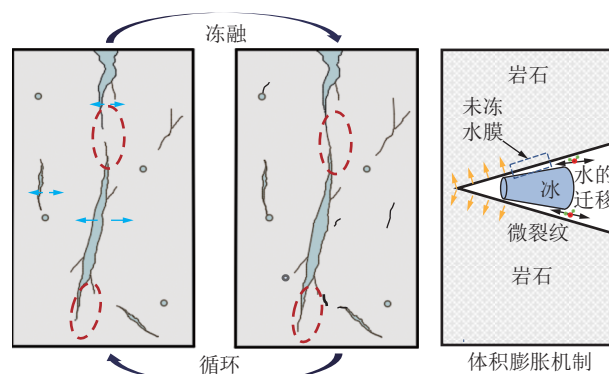


图 11 冻融循环下页岩孔裂隙结构演化及致裂机制
Fig.11 Shale pore fracture structure evolution and fracture mechanism under freeze-thaw cycle

4 结 论

1) LN_2 低温致裂是一种很有效的页岩储层增产技术, LN_2 低温冻结会引发和扩展微裂纹, 提高裂缝复杂性和连通性, 有利于页岩气的流动。

2) 定点电镜扫描结果真实的反映了 LN_2 冻融循环下页岩的微观变化。页岩在低温冻结后萌生了新孔隙, 初始裂缝沿着裂缝尖端延伸, 最后与其他裂缝贯通。面孔隙度和分形维数的计算结果定量化展示了页岩孔裂隙随冻融循环次数进一步发育。

3) 随着 LN_2 冻融循环次数的增加, 页岩孔隙度和渗透率不断增加。7 次冻融循环后, 试件孔隙度增加了 54.6%, 渗透率增加了 3 个数量级。

4) LN_2 冷冻会在含水页岩上产生热应力和冻胀

力, 页岩在 LN_2 冻融循环的作用下微观结构不断损伤断裂, 最终使试件产生肉眼可见的微裂缝。

参考文献(References):

- [1] KONTOROVICH A E, EPOV M I, EDER L V. Long-term and medium-term scenarios and factors in world energy perspectives for the 21st century[J]. *Russian Geology & Geophysics*, 2014, 55(5/6): 534–543.
- [2] BENTLEY R W. Global oil & gas depletion: An overview[J]. *Energy Policy*, 2002, 30(3): 189–205.
- [3] 刘慧芳, 安海忠, 梅洁. 美国页岩气开发状况及影响分析[J]. *资源与产业*, 2012, 14(6): 81–87.
LIU Huifang, AN Haizhong, MEI Jie. Development and effect of shale gas in the united states[J]. *Resources & Industries*, 2012, 14(6): 81–87.
- [4] VIDIC R D, Brantley S L, VANDENBOSSCHE J M, *et al.* Impact of shale gas development on regional water quality[J]. *Science*, 2013, 340: 826–826.
- [5] JAVADPOUR F. Nanopores and apparent permeability of gas flow in mudrocks (shales and siltstone)[J]. *Journal of Canadian Petroleum Technology*, 2009, 48(8): 16–21.
- [6] CHEN Y F, JIANG C B, YIN G Z, *et al.* Permeability evolution under true triaxial stress conditions of Longmaxi shale in the Sichuan Basin, Southwest China[J]. *Powder Technology*, 2019, 354: 601–614.
- [7] 孙张涛, 吴西顺. 页岩气开采中的水力压裂与无水压裂技术[J]. *国土资源情报*, 2014(5): 51–55.
SUN Zhangtao, WU Xishun. Review on hydraulic fracturing and non-aqueous fracturing in shale gas development[J]. *Land and Resources Information*, 2014(5): 51–55.
- [8] 黄中伟, 李根生, 蔡承政, 等. 岩石液氮低温致裂实验及在油气开采中应用前景[A]. 第十二届全国岩石破碎工程学术大会[C]. 沈阳, 2014: 158–162.
HUANG Zhongwei, LI Gensheng, CAI Chengzheng, *et al.* Experiment of liquid nitrogen cryogenic cracking on rock and its application prospect in oil & gas exploration and production[A]. The 12th National Academic Conference on Rock Crushing Engineering[C]. Shenyang, 2014: 158–162.
- [9] CAI C Z, HUANG Z W, LI G S, *et al.* Feasibility of reservoir fracturing stimulation with liquid nitrogen jet[J]. *Journal of Petroleum Science & Engineering*, 2016, 144: 59–65.
- [10] WU X G, HUANG Z W, LI R, *et al.* Investigation on the damage of high-temperature shale subjected to liquid nitrogen cooling[J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2018, 57: 284–294.
- [11] GRUNDMANN S R, RODVELT G D, DIALS G A, *et al.* Cryogenic nitrogen as a hydraulic fracturing fluid in the devonian shale[A]. SPE Eastern Regional Meeting. Society of Petroleum Engineers[C]. Pittsburgh, 1998, 51067.
- [12] JIANG L, CHENG Y F, HAN Z Y, *et al.* Effect of liquid nitrogen cooling on the permeability and mechanical characteristics of anisotropic shale[J]. *Journal of Petroleum Exploration & Production Technology*, 2019, 9(1): 111–124.
- [13] CAI C Z, LI G S, HUANG Z W, *et al.* Experiment of coal damage due to super-cooling with liquid nitrogen[J]. *Journal of Natural Gas Science & Engineering*, 2015, 22: 42–48.
- [14] QIN L, ZHAI C, LIU S M, *et al.* Changes in the petrophysical properties of coal subjected to liquid nitrogen freeze-thaw-A nuclear magnetic resonance investigation[J]. *Fuel*, 2017, 194: 102–114.
- [15] 翟成, 徐吉钊. 液氮循环致裂技术强化煤层气抽采的研究与应用展望[J]. *工矿自动化*, 2020, 46(10): 1–8.
ZHAI Cheng, XU Jizhao. Research on cyclic liquid nitrogen fracturing technology for enhancing coalbed methane drainage and its application prospect[J]. *Industry and Mine Automation*, 2020, 46(10): 1–8.
- [16] LI Z F, XU H F, ZHANG C Y. Liquid nitrogen gasification fracturing technology for shale gas development[J]. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 2016, 138: 253–256.
- [17] 陶静. 液氮预注后页岩压裂的损伤破裂机理研究[D]. 徐州: 中国矿业大学, 2020.
TAO Jing. Study on damage mechanics of shale nitrogen fracturing after liquid nitrogen pre-conditioning[D]. Xuzhou: China University of Mining and Technology, 2020.
- [18] VINEGAR H J. X-Ray CT and NMR imaging of rocks[J]. *Journal of Petroleum Technology*, 1986, 38(3): 257–259.
- [19] JIANG C B, LIU X D, WANG W S, *et al.* Three-dimensional visualization of the evolution of pores and fractures in reservoir rocks under triaxial stress[J]. *Powder Technology*, 2021, 378(PA): 585–592.
- [20] 王豪. 页岩热致裂缝形成机理及数值模拟研究[D]. 西安: 西安石油大学, 2021.
WANG Hao. The formation mechanism and numerical simulation of thermally induced fractures in shale[D]. Xi'an: Xi'an Shiyou University, 2021.
- [21] DEBASHIS D, BRIJES M, Neel G. Understanding the influence of petrographic parameters on strength of differently sized shale specimens using XRD and SEM[J]. *International Journal of Mining Science and Technology*, 2021, 31(5): 953–961.
- [22] YANG R, SHENG H, YI J Z. Nano-scale pore structure and fractal dimension of organic-rich Wufeng-Longmaxi shale from Jiaoshiba area, Sichuan Basin: Investigations using FE-SEM, gas adsorption and helium pycnometry[J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2016, 70: 27–45.
- [23] LIU X F, NIE B S. Fractal characteristics of coal samples utilizing image analysis and gas adsorption[J]. *Fuel*, 2016, 182: 314–322.
- [24] MAJID B, OMID A H, LEVI K J, *et al.* Quantitative analysis of statistical properties of organic-rich mudstone using large field-of-view SEM images[J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2021, 95: 104238.
- [25] SUI W B, TIAN Y Y, YAO C H. Investigation of microscopic pore structure variations of shale due to hydration effects through SEM fixed-point observation experiments[J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2018, 45(5): 955–962.

- [26] 孙文峰. 页岩储层多尺度结构特征及表征方法研究[D]. 大庆: 东北石油大学, 2017.
SUN Wenfeng. Research on multi-scale structural characteristics and characterization methods of shale reservoirs[D]. Daqing: Northeast Petroleum University, 2017.
- [27] SONG Y J, TAN H, YANG H M, *et al.* Fracture evolution and failure characteristics of sandstone under freeze-thaw cycling by computed tomography[J]. *Engineering Geology*, 2021, 294: 106370.
- [28] 贾海梁. 多孔岩石及裂隙岩体冻融损伤机制的理论模型和试验研究[D]. 武汉: 中国地质大学, 2016.
JIA Hailiang. Theoretical damage models of porous rocks and hard jointed rocks subjected to frost action and further experimental verifications[D]. Wuhan: China University of Geosciences, 2016.
- [29] JIANG C B, WANG Y F, DUAN M K, *et al.* Experimental study on the evolution of pore-fracture structures and mechanism of permeability enhancement in coal under cyclic thermal shock[J]. *Fuel*, 2021, 304: 121455.
- [30] 刘泉声, 黄诗冰, 康永水, 等. 裂隙冻胀压力及对岩体造成的劣化机制初步研究[J]. *岩土力学*, 2016, 37(6): 1530–1542.
LIU Quansheng, HUANG Shibing, KANG Yongshui, *et al.* Preliminary study of frost heave pressure and its influence on crack and deterioration mechanisms of rock mass[J]. *Rock and Soil Mechanics*, 2016, 37(6): 1530–1542.
- [31] 乔 趁, 王 宇, 宋正阳, 等. 饱水裂隙花岗岩周期冻胀力演化特性试验研究[J]. *岩土力学*, 2021, 42(8): 2141–2150.
QIAO Chen, WANG Yu, SONG Zhengyang, *et al.* Experimental study on the evolution characteristics of cyclic frost heaving pressure of saturated fractured granite[J]. *Rock and Soil Mechanics*, 2021, 42(8): 2141–2150.