

DOI: 10.16285/j.rsm.2017.02.007

低温对煤岩渗透性影响试验研究

杨兆中¹, 张云鹏², 贾 敏¹, 李小刚¹, 魏 卓³, 张 璐⁴

(1. 西南石油大学 油气藏地质及开发工程国家重点实验室, 四川 成都 610500;

2. 中海油能源发展股份有限公司工程技术分公司, 天津 300452; 3. 中国石油大学(北京)石油工程学院, 北京 102249;

4. 中海石油(中国)有限公司天津分公司渤海石油研究院, 天津 300452)

摘 要: 液氮压裂过程向地层注入液氮而产生的低温会对煤层岩石造成破坏, 导致煤层渗透率升高。为揭示液氮注入地层过程对煤层渗透率影响的规律, 采用压力脉冲衰减法开展了低温处理前、后煤岩渗透率测试试验。对比干燥与饱水煤岩在不同处理温度下的渗透率测试结果, -10 、 -25 、 -40 °C 及液氮 (-195.8 °C) 低温处理 30 min 都会导致煤岩渗透率升高, 饱水煤岩渗透率升高幅度高于干燥煤岩; 随着处理温度的降低, 煤岩渗透率升高幅度变大, 拟合得到了渗透率升高率与煤岩处理温度之间的指数关系。通过试验结果分析, 详细论述了低温导致煤岩破坏并提高煤层渗透率的原理。

关 键 词: 液氮; 煤岩; 岩石破坏; 低温处理; 渗透率

中图分类号: TU 452

文献标识码: A

文章编号: 1000-7598(2017)02-0354-07

Experimental research on influence of low temperature on coal permeability

YANG Zhao-zhong¹, ZHANG Yun-peng², JIA Min¹, LI Xiao-gang¹, WEI Zhuo³, ZHANG Lu⁴

(1. State Key Laboratory of Reservoir Geology and Development Engineering, Southwest Petroleum University, Chengdu, Sichuan 610500, China;

2. CNOOC EnerTech-Drilling & Production Co., Tianjin 300452, China; 3. College of Petroleum Engineering, China University of Petroleum(Beijing), Beijing 102249, China; 4. Bohai Oil Research Institute, Tianjin Branch, China National Offshore Oil Corporation Limited (CNOOC Ltd.), Tianjin 300452, China)

Abstract: Liquid nitrogen fracturing is a technique using liquid nitrogen as a fracturing fluid to stimulate the reservoir. During the treatment of liquid nitrogen fracturing, the cryogenic nitrogen is injected into formation, which leads coal rocks damage and increases coal rocks permeability. To reveal the laws of permeability variation after cryogenic nitrogen injection, the permeability tests are conducted on coal rocks before and after cryogenic treatment with pressure pulse decay method. By comparing the permeability results of dry and saturated coal rocks at different temperatures, it is found that the permeabilities of coal rock are all improved after 30 minutes cryogenic treatment respectively at -10 °C, -25 °C, -40 °C and liquid nitrogen (-195.8 °C). Saturated coal rocks have a higher increasing rate of permeability than dry coal rocks. With the decrease of temperature, the permeability of coal rocks increases by a large amplitude. An exponential relation between the increasing rate of coal rock permeability and the temperature is obtained. The test results are analyzed to reveal the principles of coal rocks damage and permeability enhance influenced by low temperature.

Keywords: liquid nitrogen; coal rock; rock damage; cryogenic treatment; permeability

1 引 言

煤层气作为一种非常规油气资源, 在我国资源量极为丰富^[1], 大规模高效开发煤层气对缓解能源供求矛盾、环境保护、瓦斯灾害防治等具有重要意义。煤层气主要以吸附态赋存于煤岩基质孔隙内, 需要增产措施才能将其开采到地面。我国煤层气储层低孔、低渗、低压的特点, 给煤层气的开采带来

了很大难题, 常规压裂技术已无法满足需要。煤层气储层渗透性是煤层气开发的关键, 对煤层气井产量至关重要^[2-4]。液氮压裂就是以液氮作为压裂液对储层进行压裂的技术。液氮自身的低温特性可以导致岩石发生破坏^[5-8], 在煤层产生微裂缝, 能够有效改善储层渗透性, 大幅提高煤层气单井产量。前人针对液氮压裂已进行了相关研究, Teneco Oil Company^[9]提出一种压裂后向裂缝中交替注入冷热

收稿日期: 2015-04-09

基金项目: 国家重点实验室开放研究课题 (No. PLN1208); “十二五”国家科技重大专项 (No. 2011ZX05042-002-001)。

This work was supported by the State Key Laboratory Program (PLN1208) and the National Science and Technology Major Project of “Twelfth Five-Year Plan” of China (2011ZX05042-002-001).

第一作者简介: 杨兆中, 男, 1969 年生, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事油气藏增产改造理论与应用研究与教学工作。E-mail: yzzycl@vip.sina.com

流体,使地层产生裂缝,提高储层渗透率的技术。Finnie^[10]用 10 cm 的立方体石灰岩模拟了液氮压裂过程,结果发现裂缝延伸速率缓慢且延伸方向不可预测。1996 年美国肯塔基州诺特县进行了 4 口煤层气井和 1 口致密砂岩气井的液氮重复压裂现场试验^[11]。Grundmann 等^[12]研究表明液氮的低温会产生热诱导裂缝。李子丰^[13]提出了一种“液化氮气在油气层内气化压裂方法”压裂工艺。徐红芳^[14]研究了液化氮气气化压裂技术在页岩气的应用。任韶然等^[15]通过煤岩液氮冷冲击对煤岩声波传播的影响试验,研究了冷冲击对煤岩的破坏。蔡承政等^[16]通过核磁共振研究了液氮冻结对岩石孔隙结构损伤的影响。张春会等^[17]研究了液氮注入后煤岩变形、破坏及渗透率演化的过程。

液氮在储层增产方面的研究仍相对较少,还处于探索阶段。工艺研究大多处于设计阶段,增产机制仍然认识不清。煤层气井液氮压裂主要是依靠液氮的低温作用破坏岩石,从而达到提高储层渗透率的目的,前人已经研究证明液氮压裂能够导致煤岩发生破坏,然而,液氮注入导致煤层发生的这种破坏对储层渗透率有何影响尚无人研究。本文针对液氮压裂过程,研究液氮注入产生的一次冻融条件下煤岩渗透率变化规律,对煤层气井进行液氮压裂的增产机制提供理论依据,具有重要的参考价值。

2 低温对煤岩渗透率影响试验

2.1 岩样制备

试验用煤岩样取自沁水盆地南部晋城煤业集团寺河煤矿 3[#]煤层。煤岩样严格按照储层敏感性流动试验评价方法国家标准^[18]要求制作。将所取煤块通过西南石油大学国家重点实验室取芯设备取芯,并将所取岩芯两端按照要求长度切割平整。煤岩芯为直径为 2.5 cm,长度为 3~5 cm 的圆柱体。

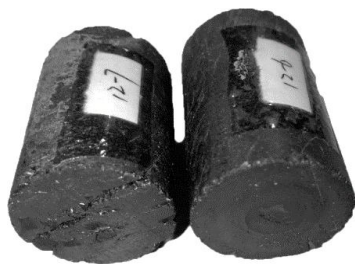


图1 试验用煤岩样

Fig.1 Samples of coal rock in experiments

2.2 试验装置

干燥处理装置为 SG-3 恒温箱,海安县石油科

研仪器公司,温度范围为 5~300 ℃。

低温处理装置为 W-505A 低温恒温槽,产自天津比朗科技有限公司(见图 2),冷却媒介为无水乙醇,温度范围为 -40~95 ℃,温度波动范围为 ±0.1 ℃;试验室用液氮。



图2 低温恒温槽

Fig.2 Low-temperature thermostat bath

渗透率测试仪器为 low gas permeability measurement 700 超低渗气体渗透率仪(见图 3),产自法国 SANCHEZ TECHNOLOGIES 公司,工作介质为高纯氮气,测量范围为 $(0.000\ 01\sim0.1)\times 10^{-3}\ \mu\text{m}^2$ 。

2.3 试验原理

天然煤岩芯渗透率极低,利用常规的稳态法气测渗透率仪器及方法很难测出,本次试验采用非稳态压力脉冲衰减法^[19]进行测试。测试过程岩芯样品装在一个岩芯夹持器中,然后将夹持器与控制模块连接,用手动液压泵加上围压,然后测量渗透率。控制模块首先给岩芯施加一个孔隙压力,然后通过岩芯传递一个压差脉冲,随着压力瞬间传递通过岩芯,计算机数据采集系统记录岩芯两端的压力差、下游压力和时间,并在电脑软件屏幕上绘制出压差和平均压力与时间的对数曲线,软件通过对压力和时间数据的线性回归计算渗透率,测量结果存储到数据文件中,测试仪器连接如图 4 所示。



图3 超低渗气体渗透率仪

Fig.3 Low gas permeability measurement

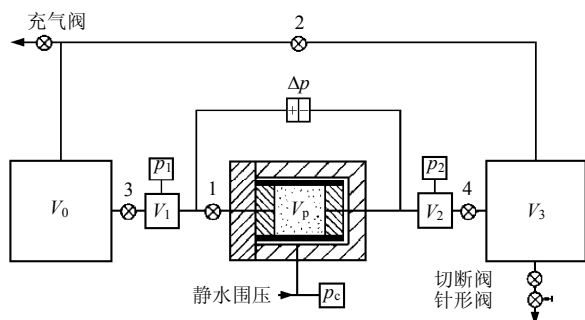


图4 渗透率测试装置示意图

Fig.4 Schematic diagram of experimental apparatus for permeability

根据质量守恒原理及达西定律, 不考虑重力作用时气体在岩样一维非稳态渗流的数学模型为^[18]

$$\frac{\partial^2 p(x,t)}{\partial x^2} = \frac{c\mu\phi}{K} \frac{\partial p(x,t)}{\partial t} \quad (0 < x < L, t > 0) \quad (1)$$

式中: $p(x,t)$ 为岩样孔隙压力; c 为岩样孔隙流体压缩系数; μ 为流体黏度; ϕ 为岩样孔隙度; K 为渗透率; L 为岩样长度; t 为脉冲衰减时间; V_1 、 V_2 分别为仪器上、下游腔室容积。

通过相应的理论分析和仪器设计, 结合相应的数学模型和测试仪器所限定的初始条件和边界条件^[19], 在误差可控的范围内进行适当简化, 即可根据试验数据计算获得岩样脉冲渗透率的数学模型为

$$K = \frac{c\mu\phi L^2 s}{f(a,b)} \quad (2)$$

式中: s 为试验测试的脉冲渗透率仪上、下游腔室压差 Δp 与时间 t 在单对数坐标图中的斜率; a 、 b 分别为测试岩样孔隙体积与脉冲渗透率仪上、下游腔室容积的比值, 当 $a=b=1$ 时, $f(a,b)=1.71$ 。

2.4 试验方法与步骤

试验方法包括试样处理和渗透率测试两部分。渗透率测试装置在测试过程要求煤岩样不含水, 因此, 所有煤岩样在测试前都必须进行干燥处理。干燥和饱水煤岩样只存在于冻结处理过程。

煤岩样干燥处理方法: 将制备好成型煤岩样放入干燥箱, 在 60°C 条件下干燥 24 h 以上, 然后每隔 1 h 测量质量一次, 至前后两次质量变化小于 0.01 g, 得到干燥煤岩样。

煤样饱水处理方法: 将抽真空仪器储液瓶内放入 2%KCl 溶液, 抽真空直到没气泡为止, 然后将 KCl 溶液倒入盛放煤岩样的容器并浸泡 24 h 以上, 直至岩芯表面不再有气泡冒出, 得到饱水煤样。

冻结处理方法: 将干燥/饱水处理后的煤岩样用保鲜膜包裹, 放入低温槽或液氮容器; 在设定的温度下浸泡 (液氮容器中直接浸泡) 30 min 后取出, 在自然条件下恢复至室温 (25°C 左右)。

渗透率测试方法步骤 (见图 5):

(1) 干燥煤岩样: 将制备好的煤岩样干燥处理; 利用超低渗气体渗透率仪测试干燥处理后煤岩样, 得到初始渗透率; 将测试完渗透率的煤岩样进行冻结处理; 将冻结处理之后的煤岩样进行干燥处理并测试渗透率, 得到干燥煤岩样冻结处理后的渗透率。

(2) 饱水煤岩样: 将制备好的煤岩样进行干燥处理; 测试干燥处理后煤岩样的初始渗透率; 将测试完渗透率的煤岩样进行饱水处理; 将饱水处理后的煤岩样进行冻结处理; 将冻结处理后的煤岩样进行干燥处理并测试渗透率, 得到饱水煤岩样冻结处理后的渗透率。

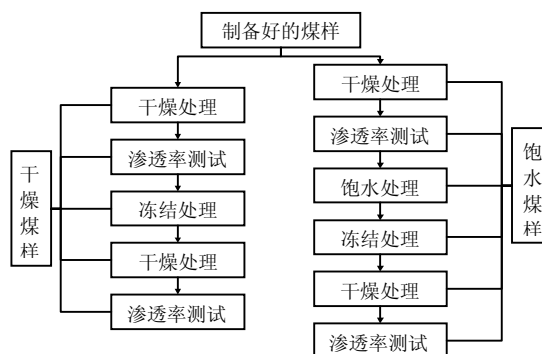


图5 试验流程图

Fig.5 Flowchart of experiment

2.5 试验条件

试验用煤岩样全部取自沁水盆地南部寺河煤矿, 取样深度为 500 m 左右, 根据储层条件、试验过程, 温度直接为室温 25°C , 试验所用氮气介质黏度为 $0.018\ 746\ \text{mPa}\cdot\text{s}$, 围压统一为 10 MPa, 试验过程先将煤岩样饱和孔隙压力 2.5 MPa, 并保持 12 h 以上。

3 结果分析

为了方便分析渗透率的变化, 定义表征渗透率变化幅度的量为渗透率变化率, 即

$$D_T = \frac{K_n - K_i}{K_i} \times 100\% \quad (3)$$

式中: D_T 为渗透率变化率 (正值表示渗透率升高率); K_n 为低温处理后煤岩样渗透率; K_i 为煤岩样初始渗透率。

在 -10 、 -25 、 -40°C 和液氮 4 个温度点下,

每个温度点设置 5 组平行试验, 共进行了 20 组干燥煤岩样和 20 组饱水煤岩样的渗透率测试, 结果中删除仪器测试范围 $(0.000\ 01 \sim 0.1) \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ 以外的值。

3.1 煤岩冻融渗透率升高过程分析

冻融导致煤岩渗透率升高是由于在冻融过程中煤岩内部结构发生破坏, 产生微裂隙, 增加了流动通道。岩石冻融破坏过程已得到普遍一致的认识^[15, 20-21]: 当岩石冻结时, 岩石骨架发生剧烈的收缩, 产生巨大的收缩应力, 导致岩石发生破坏, 即冷冲击作用; 岩石孔隙内的水被冻结产生约 9% 的体积膨胀, 在岩石内部产生较大的拉应力, 导致胶结程度低的岩石颗粒发生破坏, 使岩石内部形成微孔隙破坏或者某些区域出现微裂隙, 即冻胀力作用; 冻胀力是作用在岩石颗粒和孔隙的微观尺度上, 因此, 孔隙中的水会对岩石的冻融破坏产生巨大影响。

3.2 煤岩冻融渗透率升高影响因素分析

煤岩渗透率升高率影响因素即煤岩冻融破坏过程影响因素^[20], 试验过程相关的影响因素主要为岩性、冻融温度范围 (不同冻结温度) 及岩石含水情况。

岩性为影响岩石冻融破坏程度最大的因素^[22], 岩石的矿物特征 (矿物成分、组成、颗粒大小等)、强度特征 (岩石强度、刚度、胶结强度等) 和节理特征 (节理发育情况、分布特征等) 均会影响岩石的冻融破坏程度。一般岩石刚度、强度越低, 越疏松, 胶结强度越低, 孔隙越多, 节理越发育则受到的破坏越大。

试验过程采用煤岩作为试验岩样, 煤岩强度较低、内部割理发育、地层条件下大多含水, 冻融对其损伤较大。因此, 在一次循环冻融条件下, 煤岩也会发生破坏, 渗透率升高。

3.3 冻结温度对煤岩样渗透率影响

3.3.1 干燥煤岩样

冻结温度是导致煤岩破坏的重要因素, 冻结温度越低, 冻结过程对煤岩的损伤越大。冻结温度从 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 降低, 直到液氮 ($-195.8\text{ }^{\circ}\text{C}$), 煤岩骨架冻结过程收缩速度与收缩程度增大, 同时煤岩内部受冻程度加深, 导致煤岩结构破坏加大, 因此, 渗透率升高幅度更大。干燥煤岩样随处理温度降低, 平均渗透率升高率变化情况如图 6 所示。

在恒定有效应力条件下, 随着煤岩芯低温处理温度从 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 降至液氮 ($-195.8\text{ }^{\circ}\text{C}$), 煤岩芯平均渗透率升高幅度为 $13.79\% \sim 236.38\%$ 。渗透率升高率与处理温度有以下关系:

$$y = -275.31e^{\frac{x}{61.73}} + 247.92 \quad (4)$$

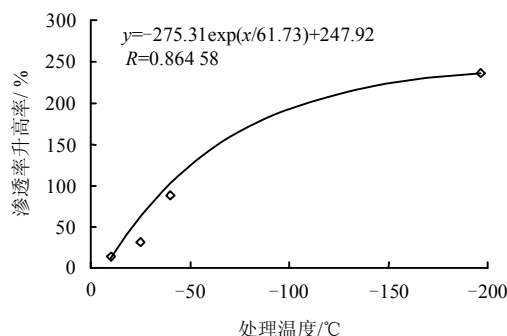


图 6 干燥煤岩平均渗透率升高率与处理温度的关系

Fig.6 Relationship between average permeability increasing rate of dry coal rock and treating temperature

由式 (4) 可知, 温度在 $-10 \sim -195.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间, 干燥煤岩渗透率升高率与处理温度之间符合指数关系。当处理温度为 $-6.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, $y=0$, 即渗透率升高幅度为 0, 能使干燥煤岩渗透率升高的最低温度为 $-6.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。干燥煤岩低温处理渗透率升高, 证明低温产生的收缩应力超过煤岩的抗拉强度后, 煤岩内部结构发生破坏, 产生热应力裂缝。煤岩接触液氮时, 岩石骨架发生剧烈的收缩, 会在煤岩内部产生高达 27 MPa 收缩应力^[12]。任韶然等^[15]在分析液氮对煤岩冷冲击作用机制的基础上, 建立了煤岩基质收缩应力的计算模型, 为了便于计算, 假设煤岩样内部某一点处各向同性均质, 即温度变化引起的应变以及由此产生的应力在各个方向上大小是相等的且随温度均匀变化, 则计算模型可化为

$$\varepsilon = \frac{1}{E}[(1-2\nu)\sigma + \alpha\Delta T] \quad (5)$$

式中: ε 为应变; E 为弹性模量; σ 为收缩应力; ν 为泊松比; α 为热膨胀系数, 取值 $\alpha = 38.13 \times 10^{-6}$ ^[23]。根据室内试验^[24]测得煤岩样弹性模量和泊松比随温度变化的关系如表 1 所示。

表 1 计算参数^[23]
Table 1 Calculation parameters^[23]

冻结温度 / $^{\circ}\text{C}$	E / MPa	ν	ΔT / $^{\circ}\text{C}$
0	2 092	0.36	25
-10	3 740	0.30	35
-20	5 020	0.29	45
-30	6 770	0.24	55

根据表 3 参数, 利用式 (5) 可计算得出冻结产生的收缩应力-应变的关系, 如图 7 所示。

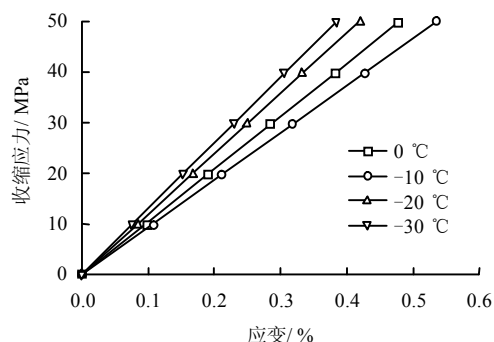


图7 冻结条件下煤岩收缩应力-应变的关系

Fig.7 Relationships between contraction stress and strain under freezing condition

随煤岩样冻结过程的进行,弹性模量升高,而泊松比降低。随着温度降低,煤岩收缩发生应变,从而产生收缩应力,导致煤岩发生破坏。从图7可以看出,冻结过程中收缩应变越大,产生的收缩应力越大。当冻结温度低于 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,相同应变条件下,冻结温度越低,煤岩样产生的收缩应力越大。煤岩中发育的割理在低温的作用下由于岩石收缩会进一步扩展,导致新的破裂产生,当温度恢复到室温后,这种破坏也不会恢复,从而引起渗透率升高。

3.3.2 饱水煤岩样

饱水煤岩样随处理温度降低平均渗透率升高率变化情况如图8所示。

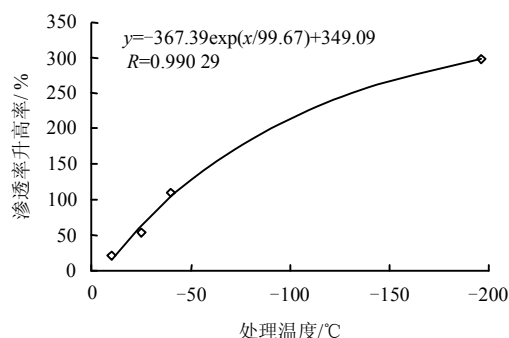


图8 饱水煤岩平均渗透率升高率与处理温度的关系

Fig.8 Relationship between average permeability increasing rate of saturated coal rock and treating temperature

饱水煤岩在同样的低温处理条件下,渗透率升高幅度高于干燥煤岩,渗透率升高幅度随处理温度的变化关系为

$$y = -367.39e^{\frac{x}{99.67}} + 349.09 \quad (6)$$

计算得到能够使饱水煤岩渗透率升高的最高处理温度为 $-5.11\text{ }^{\circ}\text{C}$,高于干燥煤样的 $-6.50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。温度在 $-5.11\sim-6.50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,说明水的存在导致煤

岩渗透率升高。该预测结果与试验测得的2%KCl水溶液冰点温度 $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右较为吻合,说明水结冰体积膨胀导致煤岩内部结构发生破坏,渗透率升高。在温度降到 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,水已经大部分凝结成冰,在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,煤岩内部已几乎没有可凝结的水分。此时,岩石收缩占据主导地位,导致岩石收缩应力增大。

3.4 含水率对渗透率变化影响

岩石含水率是影响煤岩低温处理后渗透率升高的重要因素,饱水煤岩冻结过程中岩石矿物颗粒发生收缩,冰形成的体积膨胀,岩石矿物颗粒与冰之间产生了巨大的局部拉、压应力(冷冲击收缩应力和冻胀力),导致煤岩结构破坏^[25-26]。

饱水煤岩冻结过程中岩石不仅受到冷冲击作用,而且受到冻胀力的作用,破坏程度更大,因此,渗透率升高幅度高于干燥煤岩,根据试验得到的两者的关系如图9所示。在煤层气藏开采的初期,煤岩中大的孔隙空间基本被水占据,当煤岩与液氮接触时,液氮的超低温作用使得地层水结冰膨胀,对煤岩产生两方面的影响:①割理中的地层水结冰膨胀使煤岩的天然割理张开,宽度增大,冰融化后并不能恢复到原始状态,从而导致割理的渗透率增加;②地层水结冰产生膨胀力对煤岩基质产生挤压作用,在一定温差下,膨胀力将会超过煤岩的抗压强度,使煤岩基质产生挤压破坏,从而导致煤岩内部结构的变化^[15]。

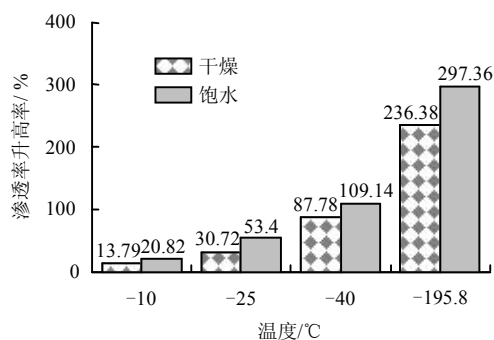


图9 干燥煤岩与饱水煤岩低温处理渗透率变化对比

Fig.9 Permeability change of dry coal rock and saturated coal rock during cryogenic treatment

在煤层气井液氮压裂过程中,液氮注入煤层,煤层发生冻结,冻结温度越低、含水越多的区域,渗透率升高幅度越大。

4 结 论

(1) 煤层渗透性对煤层气开采具有重要意义,

向煤层注入液氮产生的低温破岩作用会导致煤岩发生结构破坏,产生微裂隙,且这种破坏在温度升高后也不会恢复,因此,煤岩渗透率升高,从而实现煤层气井增产的目的。

(2) 煤岩样冻融过程中,冻结温度越低,渗透率升高幅度越大,含水煤岩渗透率升高幅度大于干燥煤岩。煤层渗透率升高率随冻结温度的降低呈指数函数规律,且能够使饱水煤岩渗透率升高的最高冻结温度高于干燥煤岩样。

(3) 本次试验虽然研究了温度、含水对煤岩渗透率的影响,为进一步研究注液氮过程储层渗透率变化规律,还需要进行不同处理时间、不同含水饱和度对煤岩渗透率影响的试验研究。

参考文献

- [1] 国土资源部油气资源战略研究中心. 全国石油天然气资源评价[M]. 北京: 中国大地出版社, 2010: 211—232.
Strategic Research Center of Oil and Gas of the Ministry of Land and Resources. The national oil and gas resource assessment[M]. Beijing: China Land Press, 2010: 211—232.
- [2] SNYDER S G, JOCKEL D W, LOPEZ A W. Improved fracturing technology for coalbed methane gas wells in western Pennsylvania increases gas production over offset and historic wells in Mount Pleasant CBM field[C]// SPE Eastern Regional Meeting. Lexington, Kentucky: SPE, 2007: 1—6.
- [3] MARICIC N. Parametric and predictive analysis of horizontal well configurations for coalbed methane reservoirs in Appalachian basin[D]. Morgantown, West Virginia: West Virginia University, 2004.
- [4] 张培河. 基于生产数据分析的沁水南部煤层渗透性研究[J]. 天然气地球科学, 2010, 21(3): 503—507.
ZHANG Pei-he. Study of permeability of coal seam based on data well production in south Qinshui Basin[J]. *Natural Gas Geoscience*, 2010, 21(3): 503—507.
- [5] WINKLER E M. Frost damage to stone and concrete: geological considerations[J]. *Engineering Geology*, 1968, 2(5): 315—323.
- [6] CHEN T C, YEUNG M R, MORI N. Effect of water saturation on deterioration of welded tuff due to freeze-thaw action[J]. *Cold Regions Science and Technology*, 2004, 38(2/3): 127—136.
- [7] 李宁, 张平, 程国动. 冻结裂隙砂岩低周循环动力特性试验研究[J]. 自然科学进展, 2001, 11(11): 1175—1180.
- LI Ning, ZHANG Ping, CHENG Guo-dong. Short cycling dynamic testing study on fracturing sandstone at frozen temperature[J]. *Progress of Natural Science*, 2001, 11(11): 1175—1180.
- [8] 杨更社, 张全胜, 蒲毅彬. 冻结温度对岩石细观损伤特性的影响[J]. 西安科技学院学报, 2003, 23(2): 139—142.
YANG Geng-she, ZHANG Quan-sheng, PU Yi-bin. On the microdamage characteristics of rock under the frost and thaw conditions[J]. *Journal of Xi'an University of Science and Technology*, 2003, 6(2): 139—142.
- [9] Teneco Oil Company. Method of increasing the permeability of a subterranean hydrocarbon bearing formation: United States, ZL 396029310[P]. 1971-08-31.
- [10] FINNIE I, COOPER G A, BERLIE J. Fracture propagation in rock by transient cooling[J]. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 1979, 16(1): 11—21.
- [11] 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.
- [12] 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.
- [13] 李子丰. 液化氮气在油气层内气液压裂方法: 中国, ZL 2012103613278[P]. 2012-11-15.
LI Zi-feng. Liquefied nitrogen fracturing method in oil and gas reservoir: China, ZL2012103613278[P]. 2012-11-15.
- [14] 徐红芳. 适用于页岩气开发的液化氮气汽化压裂技术[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2013.
XU Hong-fang. Liquid nitrogen gasfication fracturing technology applicable to shale gas development[D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2013.
- [15] 任韶然, 范志坤, 张亮, 等. 液氮对煤岩的冷冲击作用机制及试验研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2013, 32(增刊 2): 3790—3794.
REN Shao-ran, FAN Zhi-kun, ZHANG Liang, et al. Mechanisms and experimental study of thermal-shock effect on coal-rock using liquid nitrogen[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2013, 32(Supp.2): 3790—3794.

- [16] 蔡承政, 李根生, 黄中伟, 等. 液氮冻结条件下岩石孔隙结构损伤试验研究[J]. 岩土力学, 2014, 35(4): 965—971.
CAI Cheng-zheng, LI Gen-sheng, HUANG Zhong-wei, et al. Experiment study of rock porous structure damage under cryogenic nitrogen freezing[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2014, 35(4): 965—971.
- [17] 张春会, 王来贵, 赵全胜, 等. 液氮冷却煤变形-破坏-渗透率演化模型及数值分析[J]. 河北科技大学学报, 2015, 36(1): 90—99.
ZHANG Chun-hui, WANG Lai-gui, ZHAO Quan-sheng, et al. Permeability evolution model and numerical analysis of coupled coal deformation, failure and liquid nitrogen cooling[J]. **Journal of Hebei University of Science and Technology**, 2015, 36(1): 90—99.
- [18] 国家能源局. SY/T 5358-2010 储层敏感性流动试验评价方法国家标准[S]. 北京: 石油工业出版社, 2010.
The National Energy Administration. SY/T 5358-2010 Formation damage evaluation by flow test[S]. Beijing: Petroleum Industry Press, 2010.
- [19] DICKER A I, SMITS R M. A practical approach for determining permeability from laboratory pressure-pulse decay measurements[C]//The SPE International Meeting on Petroleum Engineering. Tianjin: [s. n.], 1988: 1—6.
- [20] HORI M, MORIHIRO H. Micromechanical analysis on deterioration due to freezing and thawing in porous brittle materials[J]. **International Journal of Engineering Science**, 1998, 36(4): 511—522.
- [21] 徐光苗, 刘泉声. 岩石冻融破坏机制分析及冻融力学试验研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2005, 24(17): 3076—3082.
XU Guang-miao, LIU Quan-sheng. Analysis of mechanism of rock failure due to freeze-thaw cycling and mechanical testing study on frozen-thawed rocks[J]. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, 2005, 24(17): 3076—3082.
- [22] NICHOLSON D T, NICHOLSON F H. Physical deterioration of sedimentary rocks subjected to experimental freeze-thaw weathering[J]. **Earth Surface Processes and Landforms**, 2000, 25(12): 1295—1307.
- [23] KELEMEN S R, KWIATEK L M. Physical properties of selected block Argonne premium bituminous coal related to CO₂, CH₄, and N₂ adsorption[J]. **International Journal of Coal Geology**, 2009, 77(1): 2—9.
- [24] 程磊. 冻结条件下岩石力学特性实验研究及工程应用[D]. 西安: 西安科技大学, 2009.
CHENG Lei. Experimental study on rock mechanical properties under freezing conditions and application in project[D]. Xi'an: Xi'an University of Science and Technology, 2009.
- [25] 张继周, 缪林昌, 杨振峰. 冻融条件下岩石损伤劣化机制和力学特性研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2008, 27(8): 1688—1694.
ZHANG Ji-zhou, MIAO Lin-chang, YANG Zhen-feng. Research on rock degradation and deterioration mechanisms and mechanical characteristics under cyclic freezing-thawing[J]. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, 2008, 27(8): 1688—1694.

上接第 353 页

- [11] 吴继玲. 加筋纤维膨胀土强度与变形特性研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2010.
WU Ji-ling. Studying on strength and deformation of fiber-reinforced expansive soils[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2010.
- [12] BISHOP A W, ALPAN H, BLIGHT G E, et al. Factors controlling the shear strength of partly saturated cohesive soils[C]//Proceedings of ASCE Research Conference on the Shear Strength of Cohesive soils. Colorado: A. A. Balkema, 1960: 503—532.
- [13] FRELUND D G, MORGENSTEM N R, WIDGER R A. The shear strength of unsaturated soils[J]. **Canadian Geotechnical Journal**, 1978, 15(3): 313—321.
- [14] 杨和平, 张锐, 郑建龙. 非饱和膨胀土总强度指标随饱和度和变化规律[J]. 土木工程学报, 2006, 39(4): 58—62.
YANG He-ping, ZHANG Rui, ZHENG Jian-long. Variation of the total shear strength of unsaturated expansive soils with degree of saturation[J]. **China Civil Engineering Journal**, 2006, 39(4): 58—62.
- [15] 龚壁卫. 非饱和击实膨胀土总应力强度探讨[J]. 长江科学院院报, 1998, 15(3): 40—42.
GONG Bi-wei. Analysis on total stress strength of unsaturated expansive soil[J]. **Journal of Yangtze River Scientific Research Institute**, 1998, 15(3): 40—42.