

文章编号:1009-6094(2021)01-0101-08

基于氮吸附、压汞联合试验的 CO₂ 致裂对煤岩孔隙的影响*

江泽标¹, 彭鑫¹, 韦善阳¹, 李波波¹, 邓川^{2,3}

(1 贵州大学矿业学院, 贵阳 550025;

2 中煤科工集团重庆研究院有限公司, 重庆 400039;

3 贵州安和矿业科技工程股份有限公司, 贵阳 550081)

摘要:煤岩中的孔隙结构特征对瓦斯运移和富集有着至关重要的影响。为了研究 CO₂ 致裂对煤岩孔隙的影响, 利用低温氮吸附试验与压汞试验相结合的方法对致裂前后的煤岩孔隙变化进行定量表征, 并使用扫描电镜、现场致裂后煤岩瓦斯抽采分别从定性和宏观上反映 CO₂ 致裂对煤岩孔径分布和孔隙结构特征的影响。结果表明, CO₂ 致裂会迫使煤岩中微孔、小孔隙结构改变, 从墨水瓶形孔转变为开放型孔隙, 各孔径段孔容有所增长扩张, 致裂主要迫使孔径在 10 000 ~ 100 000 nm 的孔隙有较为明显的发育扩张。煤岩中存在渗流孔隙和扩散孔隙, 致裂后渗流孔体积和百分比呈现先增长后逐步降低的现象, 扩散孔体积变化趋势与渗流孔一致, 但其百分比先降低后逐步回升。通过扫描电镜、现场测定及计算等辅助手段从宏观方面反映出 CO₂ 致裂对孔隙有明显作用, 对消除煤与瓦斯突出有积极效果。

关键词:安全工程; 煤与瓦斯突出; CO₂ 致裂; 孔隙类型; 孔隙特征; 孔径分布

中图分类号: X936 文献标志码: A

10.13637/j.issn.1009-6094.2019.0635

0 引言

煤是多孔隙介质^[1], 煤岩中孔隙结构和孔径对瓦斯的储集和运移起着至关重要的作用^[2]。CO₂ 致裂是利用物理爆破产生的冲击作用于煤岩孔隙而改变其孔隙结构和孔径分布的消突方法^[3]。基于贵州省煤层具有高瓦斯低渗透性的特点^[4], CO₂ 致裂在贵州煤矿的消突作用还有待进一步研究。

目前, 在 CO₂ 致裂效果上, 主要对致裂后煤层增透、渗流规律和致裂半径等方面进行研究。国内学者对 CO₂ 致裂的研究方法各不相同。2018 年, 岳立新等^[5]首次利用三轴渗流和扫描电镜图像处理技术研究了 CO₂ 致裂作用时间对煤层渗透率的影响, 发

现经超临界 CO₂ 作用后, 煤的渗透率较作用前提高了 1 个数量级, 并随超临界 CO₂ 作用时间延长呈正指数增加。2018 年, 张东明等^[6]率先提出了地应力条件下低渗煤层液态 CO₂ 相变定向射孔致裂增透技术, 并在现场试验验证了其增透煤层的作用。孙可明等^[7-9]利用自主研发的三场耦合渗流试验系统进行了多因数耦合下 CO₂ 致裂渗流规律研究。李豪君等^[10]应用数值模拟优化和现场验证的方法对液态 CO₂ 相变致裂技术布孔参数进行了研究, 提出了合理的布孔间距和方式。方法的差异化、单一化使得很难有效全面地对致裂后孔隙结构的变化进行完整描述。压汞法和低温氮吸附法是研究孔隙特征和孔径分布较为常用的两组方法, 前人^[11-12]通过将两种方法结合起来表征孔隙结构和孔径分布, 取得了较为准确的试验结果, 将两种孔隙分析方法应用于 CO₂ 致裂可以更加准确地表征 CO₂ 致裂对煤岩孔隙结构的影响。

为了更好地分析 CO₂ 致裂对孔隙结构和孔径分布的影响, 采用低温氮吸附法和压汞法联合表征 CO₂ 致裂前后的孔隙变化, 并利用扫描电镜和现场参数测定从宏观上反映致裂效果, 揭示 CO₂ 致裂微观机理, 以期 CO₂ 致裂技术的应用提供参考。

1 样品与试验条件

1.1 样品采集与制备

试验样品采集于贵州大运煤矿 M8 煤层。首先在现场收集原煤, 然后打孔安装致裂器, 钻孔深度 30 m。致裂器采用 F57 型储液管, 内部容积 1 L, 充液量 880 g, 致裂器作用深度为 25 ~ 30 m。致裂后, 根据致裂释放口所在深度范围, 在致裂孔水平方向左侧每隔 1 m 打孔 30 m, 取 3 组孔深 25 ~ 30 m 煤样; 然后在致裂孔水平方向右侧每隔 10 m 打一个对比孔, 共打 2 个, 用于宏观参数测试。钻孔布置见图 1。在制样室将原煤破碎, 然后将致裂前后 4 份煤样筛选为粒径在 0.4 ~ 0.5 mm 的煤样颗粒, 按照原煤、致裂距离 1 m、致裂距离 2 m、致裂距离 3 m 的取样分别

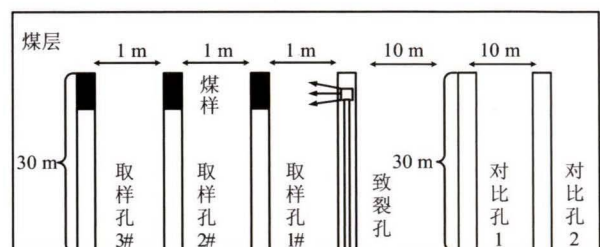


图 1 现场钻孔布置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of drilling arrangement on site

* 收稿日期: 2019-05-22

作者简介: 江泽标, 副教授, 从事矿山灾害防治研究, 327552007@qq.com。

基金项目: 国家自然科学基金项目(51804085); 贵州省科技厅项目(黔科合支撑[2017]2815)

编号为 YM、1#、2#、3#。原煤煤样参数测试结果见表 1。

1.2 试验条件

采用压汞法和低温氮吸附法联合对致裂前后煤岩孔隙进行测试,试验设备及制备煤样见图 2。压汞试验采用 AutoPore IV 9510 型压汞测试仪(美国麦克公司)。压汞试验前,样品在 200 °C 下烘干 4 h。压汞试验汞液所受压力范围为 0 ~ 413 MPa,测试孔径范围为 3 ~ 100 000 nm。为了探求 CO₂致裂对孔隙的真实影响,利用低温氮吸附试验作为补充。低温氮吸附试验使用 3H - 2000PS2 型静态容量法比表面及孔径分析仪(北京贝士德仪器科技有限公司),分析原煤及致裂后的 4 份煤样,设备可测孔径范围为 0.35 ~ 500 nm。试验前先将待测样品在 90 °C 下烘干 6 h。试验时,首先将样品装入试管内并在 100 °C 下进行 2 h 脱气抽真空,然后将样品试管移动至测试位置开始分析。

表 1 原煤煤样基本参数

Table 1 Basic parameters of raw coal samples

煤层	瓦斯放散初速度 $\Delta p/\text{kPa}$	坚固性系数 f	瓦斯吸附常数		工业分析/%		
			a	b	M_{ad} (水分)	A_{d} (灰分)	V_{daf} (挥发分)
M8	5.6	0.48	34.488	1.702	2.03	11.67	8.32

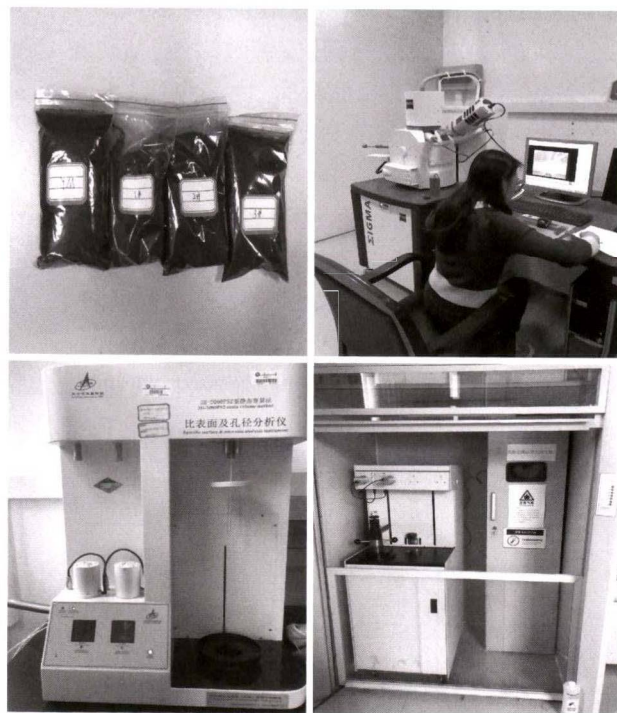


图 2 煤样与试验设备

Fig. 2 Coal sample and experimental equipment

2 试验结果与分析

2.1 高压压汞

高压压汞是利用汞液的非浸润性进行试验,即汞液在煤岩孔隙中无外部压力条件下不会流入孔隙内部,因此在利用压汞试验对煤岩孔隙进行结构测定时,汞液根据外部压力的增大进一步侵入煤岩内部孔隙,测试孔径孔径从大到小。原煤及 CO₂致裂后煤岩孔隙、比表面积、平均孔直径和孔隙率等孔隙参数见表 2。

从表 2 可以看出,CO₂致裂对煤岩孔隙有显著影响,致裂使煤样由原有孔容 0.058 5 mL/g 增大到最大 0.175 3 mL/g,致裂前后煤样比表面积在 13.313 ~ 15.836 m²/g 之间变化,致裂后的平均孔直径均大于致裂前,同时致裂后煤样的孔隙率较致裂前存在明显增大的趋势。

压汞试验所测得的致裂前后煤样进退汞曲线见图 3。从图 3 可以看出,原煤的进退汞曲线位于最下方,致裂后 1 m、2 m 和 3 m 的进退汞曲线则依次从上到下排序,表明 CO₂致裂会迫使煤岩孔隙进一步扩展发育。图 3 所显示的致裂前后 4 份煤样

表 2 压汞试验结果

Table 2 Results of mercury intrusion experiment

煤样编号	孔容/ (mL · g ⁻¹)	比表面积/ (m ² · g ⁻¹)	平均孔直径/nm	样本孔隙率/%
YM	0.058 5	14.148	16.5	9.027 1
1#	0.175 3	15.836	44.3	25.189 8
2#	0.112 8	14.160	31.9	19.487 3
3#	0.085 6	13.313	25.7	13.804 4

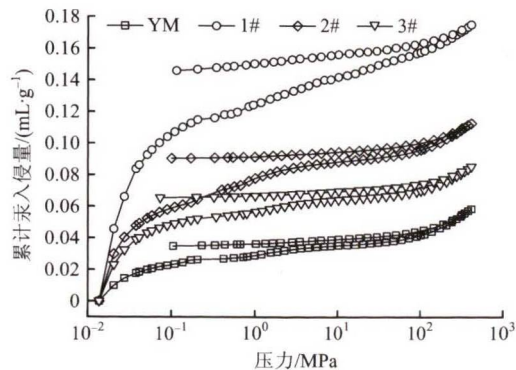


图 3 CO₂致裂前后煤样进汞-退汞曲线

Fig. 3 Mercury-dehydration curves of coal sample before and after CO₂ cracking

均存在进汞曲线与退汞曲线不重合的现象,即存在滞后环,原煤的滞后环最小,1#的滞后环最大,2#和3#的滞后环面积则依次减小,但均大于原煤的滞后环。在压汞试验中,进退汞曲线之间的滞后环大小可以表征煤样内部的孔隙结构特性。1#的滞后环最大,表明其内部存在丰富的开放型孔隙;2#和3#的滞后环较1#小,表明其存在开放型孔隙,相对含量依次减小;原煤的滞后环最小,表明在致裂前煤岩内部开放孔隙少,多为半封闭孔隙和封闭孔隙等。

致裂前后煤样的孔径分布见图4。从图4可以看出,致裂前原煤孔径分布是“双峰”结构,即孔径在10 000~100 000 nm和1~10 nm的孔隙含量较多,同时孔径在10~10 000 nm的孔隙含量处于低水平范围。致裂后,1#、2#和3#的孔径分布呈明显的“单峰”结构,即孔径在10 000~100 000 nm的孔隙含量明显上升,特别是1#煤样上升得最多。同时致裂后3份煤样孔径在10~10 000 nm的孔隙含量也存在上升趋势。

2.2 低温氮吸附

氮吸附法是一种依靠氮的等温吸附曲线测定孔隙比表面积和孔径分布的方法。对比压汞法,低温氮吸附法在测定微孔时由于不会对孔隙结构造成破坏而具有优势,同时其在微孔的描述上较为准确。表3为低温氮吸附试验结果。从结果来看,原煤的比表面积最大为4.472 8 m²/g,致裂后比表面积均小于原煤比表面积,致裂后孔容均大于原煤孔容0.006 9 mL/g,同样致裂后平均孔径均大于原煤平均孔径7.31 nm。

绘制致裂前后4组煤样的低温氮吸附曲线,见图5。从图5可以看出,1#煤样吸附体积最大,2#煤样次之,3#与原煤煤样较为接近。在低温氮吸附试

验中,根据固体是否产生滞后回线将孔隙划分为3类^[13]:第I类是开放型孔,此类孔的代表有两端开放的管状毛细孔和平行狭缝状的毛细孔,开放型孔的特点是有利于瓦斯运移,同时能够产生吸附回线;第II类是一端封闭型孔,此类孔的代表有一端封闭的锥形孔、一端封闭的楔形孔、一端封闭的圆筒状孔和一端封闭的平行狭缝孔,此类孔的特点是有利于瓦斯储集,但不能产生吸附回线;第III类是墨水瓶孔,由于其口小肚大的结构特点,能产生吸附回线,同时在解吸等温线上有一个明显的向下拐点。如图6所示,IUPCA(国际理论和应用化学联合会)在大量研究的基础上将滞后环分为H1~H4四种类型^[14]。对比图5与6,发现YM和3#煤样的脱附等温线存在明显拐点,因此将YM和3#划分为H2型,将1#、2#划分为H3型。低温氮吸附测得的孔径分布见图7。可以看出,致裂前原煤孔径在1~10 nm的孔隙多于致裂后的3份煤样,但在10~128 nm的孔隙少于1#、2#煤样,与3#煤样接近。同时,1#煤样孔径在10~128 nm的孔隙含量最多,2#煤样次之。1#和2#煤样孔径在1~10 nm的孔隙含量为0,3#煤样孔径在1~4 nm的孔隙含量为0。

表3 低温氮吸附试验结果

Table 3 Results of low temperature nitrogen adsorption experiment

煤样名称	BET 比表面积/ (m ² · g ⁻¹)	孔容/ (mL · g ⁻¹)	平均孔 直径/nm
YM	4.472 8	0.006 9	7.31
1#	3.931 6	0.011 9	17.25
2#	3.822 5	0.010 4	15.97
3#	3.837 3	0.007 9	8.53

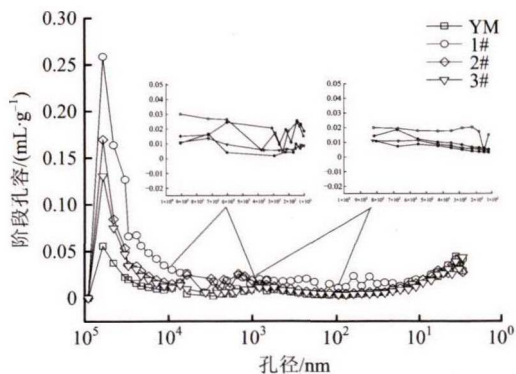


图4 CO₂致裂前后煤样孔径分布

Fig. 4 Pore size distribution of coal sample before and after CO₂ cracking

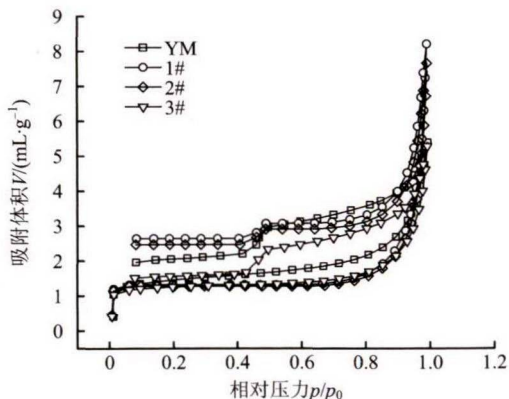


图5 煤样液氮吸附等温曲线

Fig. 5 Nitrogen adsorption isotherm curves of coal sample

3 讨论

3.1 氮吸附和压汞法试验结果综合分析

比较图 4 与 7 的微孔孔径分布情况发现,压汞法与低温氮吸附法所测得的微孔体积差距较大。原因在于压汞法在测孔径为 1 ~ 10 nm 的微孔时外部所需压力超过 100 MPa,最高压力达到 417 MPa。由于外部进汞压力过大,此时试验结果的准确性会受到煤基质压缩性的影响,为了更加准确地研究 CO₂ 致裂对煤岩孔隙的影响,需要将压汞法和低温氮吸附法试验结果进行综合研究。按照 Huodute^[15] 分类方案进行孔隙类型划分:将孔径小于 10 nm 的孔隙划分为微孔,将孔径为 10 ~ 100 nm 的孔隙划分为小孔,将孔径为 100 ~ 1 000 nm 的孔隙划分为中孔,将孔径大于 1 000 nm 的孔隙划分为大孔。

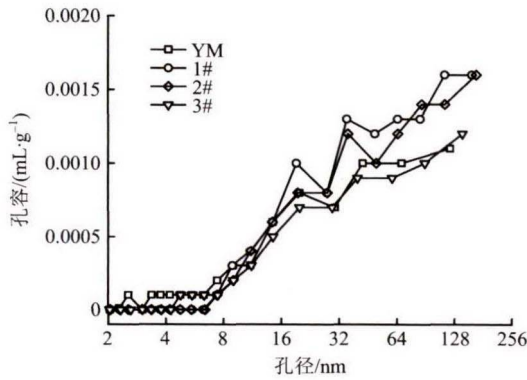


图 7 煤样低温氮吸附法孔径分布

Fig. 7 Pore size distribution of coal sample under low temperature nitrogen adsorption

按照文献[16]的方法,将具有压缩性多孔介质的压汞试验所测孔体积增量表述为

$$\Delta V_{obs} = \Delta V_p + \Delta V_c \quad (1)$$

式中 ΔV_{obs} 为孔体积增量, ΔV_p 为孔隙内部汞液填充体积, ΔV_c 为由于煤基质压缩所产生的孔体积增量。

由于存在煤基质压缩而产生的人造空间 ΔV_c , ΔV_p 为真正的微孔汞液填充体积,但实际上 ΔV_p 无法真实获取,因此利用低温氮吸附法和压汞法对致裂前后煤样孔径分布进行联合表征。Clarkson^[17] 和 Kuila^[18] 等在大量试验的基础上将压汞试验所测孔隙孔径有效范围定为大于 50 nm。对于低温氮吸附试验,其模型基础来自毛细管凝聚和 Kelvin 方程推导,主要用于表征 2 ~ 50 nm 孔径孔隙^[19]。因此,本文采用低温氮吸附 2 ~ 50 nm 的孔径分布和压汞 50 nm 以上的孔径分布进行联合表征,结果见图 8。

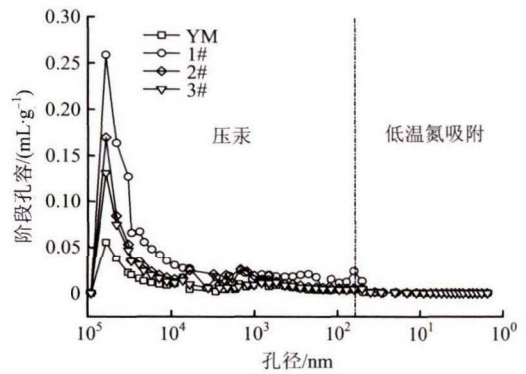


图 8 煤样全孔隙分布

Fig. 8 Full pore distribution of coal samples

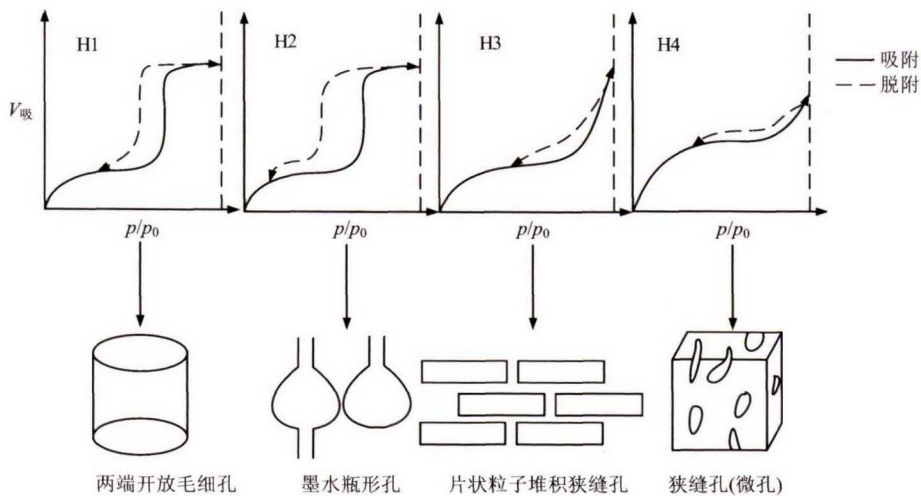


图 6 吸附-解吸滞后环分类

Fig. 6 Classification of adsorption-desorption hysteresis

图8较为真实地反映了致裂前后4份煤样的孔径分布情况。1#、2#和3#煤样孔径在10 000~100 000 nm的孔隙有较为明显的增长,同时孔径在40~10 000 nm的孔隙受致裂效果影响也有增长,孔径在10~40 nm的孔隙增长不明显,且距离致裂孔最近的1#煤样孔隙发育扩张得最多,随着与致裂孔距离增加,CO₂致裂所产生的冲击能量对孔隙作用减弱,因此2#和3#的大孔和中孔含量出现回落。

现有的煤岩孔隙研究认为煤岩中存在两种类型的孔隙^[20]:一种是扩散孔隙,其孔径小于100 nm,即其主要类型是微孔和小孔,孔隙内部表面是瓦斯吸附的主要场所,也是瓦斯向中孔和大孔扩散的通道;另一种是渗流孔,其孔径大于100 nm,即其主要类型是中孔和大孔,孔隙内部是瓦斯在煤层运移的通道。联合表征后,致裂前后4份煤样的扩散孔和渗流孔分布情况见图9。

图9(a)是渗流孔与扩散孔的孔体积对比,致裂前后煤样的扩散孔和渗流孔孔体积都存在先增大后降低的过程,且渗流孔孔体积增加较为明显。图9(b)由图9(a)的孔体积换算而成,渗流孔百分比的

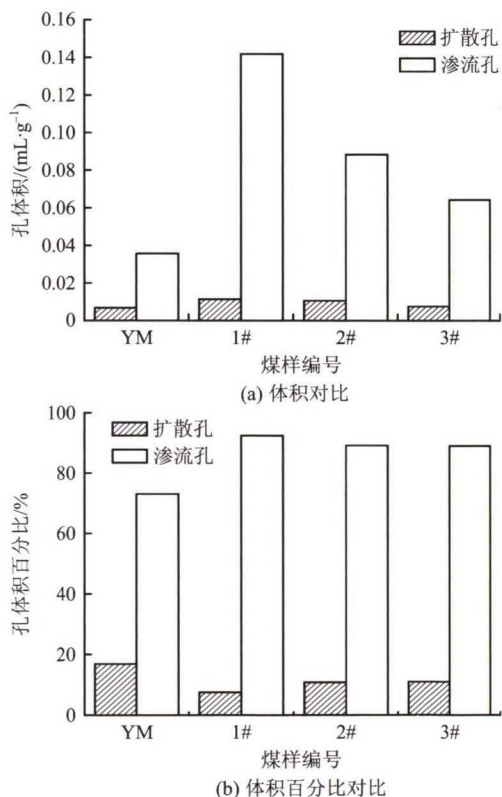


图9 致裂前后不同孔隙类型的对比
Fig. 9 Comparison of different pore types before and after cracking

变化过程与图9(a)一致,扩散孔的变化过程与图9(a)相反。从百分比上看,扩散孔含量先减小后回升。综合来看,CO₂致裂实际上会迫使煤岩中全尺寸孔隙进一步发育扩张,但相对来说具有减小微孔含量的作用。结合低温氮吸附与压汞试验结果发现,致裂后比表面积均先增加后逐渐降低,反映出致裂迫使微孔和小孔进一步发育。但在低温氮吸附试验中,原煤的脱附等温线有明显拐点,表明原煤煤岩的微孔和小孔多为墨水瓶形结构。另一方面,从压汞试验进退汞曲线的开合程度来说,致裂后煤样的孔隙开放程度更好。结合来看,表明CO₂致裂迫使墨水瓶形微孔和小孔转化为开放型的微孔和小孔,因此CO₂致裂会破坏瓦斯的储集场所,使其转化为有利于瓦斯在煤岩中运移的通道。

3.2 煤样孔隙结构特征

低温氮吸附和压汞试验结果都是对致裂前后孔隙变化的定量描述,为了更好地观测致裂前后煤样孔隙的增长发育情况,使用扫描电镜法对YM、1#、2#和3#煤样进行观测和定性描述。图10为原煤和CO₂致裂后煤样的扫描电镜结果。观察发现,致裂前煤样孔隙表面较为平整,致裂后有较为明显的孔隙发育,孔隙的连通性得到加强;同时孔隙多呈现平行狭缝状,这与低温氮吸附试验结果基本一致,表明CO₂致裂会使原有孔隙向通孔类型发展。从煤样孔隙裂纹变化可以看出,距离致裂孔最近的1#煤样裂纹贯通,2#煤样存在较多细小孔隙裂纹,3#煤样细小孔隙裂纹较2#煤样减少,但比YM煤样孔隙裂隙有所发育。从孔隙裂纹发育综合来看,距离致裂孔最近的1#煤样裂纹扩展发育较好,随着与致裂孔距离

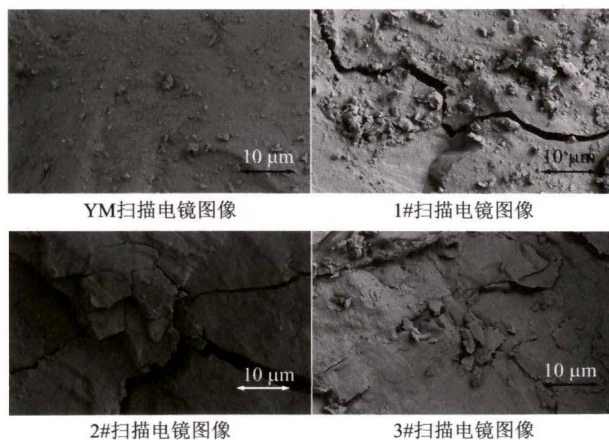


图10 CO₂致裂对煤岩孔隙作用对比
Fig. 10 Comparison of pore action of coal and rock caused by carbon dioxide cracking

增大,2#和3#煤样孔隙裂纹扩展发育逐渐减少,表明随致裂距离增加,CO₂致裂效果逐渐减弱,但在致裂距离内,孔隙扩展发育较好,有利于煤岩内瓦斯的解吸和运移。

3.3 CO₂致裂效果分析

CO₂致裂是一种物理爆破,评价爆破的效果一般从其影响半径开始。由低温氮吸附试验和压汞试验结果发现,3#煤样的各项孔隙参数与原煤较为接近,即CO₂致裂在3 m内对煤岩作用效果较为显著。为了更好地验证CO₂致裂对孔隙的影响范围,在现场CO₂致裂后,对1#、2#和3#煤样的取样孔进行为期7 d的瓦斯抽采,其结果见图11,透气性系数计算结果见表4,瓦斯抽采情况见表5。

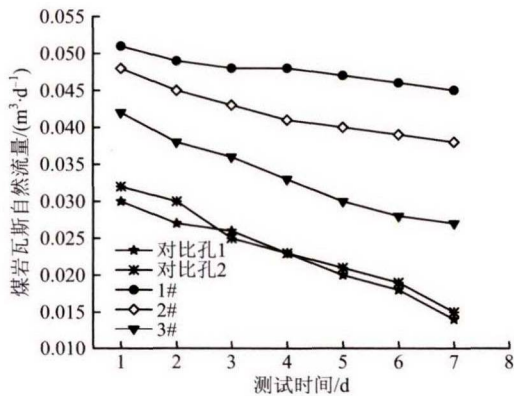


图 11 煤岩瓦斯自然流量测试结果

Fig. 11 Natural flow test results of coal and rock gas

表 4 煤岩瓦斯透气性系数对比

Table 4 Comparison of gas permeability coefficient of coal and rock

孔号	对比孔 1	对比孔 2	1#	2#	3#
透气性系数 $\lambda / (\text{m}^2 \cdot \text{MPa}^{-2} \cdot \text{d}^{-1})$	0.121	0.132	0.442	0.389	0.364

表 5 致裂前后瓦斯抽采情况

Table 5 Gas extraction before and after cracking

孔号	瓦斯含量/ ($\text{m}^3 \cdot \text{t}^{-1}$)	累计抽采 纯量/ m^3	抽采率/ %	残余瓦斯含量/ ($\text{m}^3 \cdot \text{t}^{-1}$)
1#	12.04	9 622.5	56.2	5.27
2#	11.41	9 282.1	55.2	5.11
3#	10.86	7 896.3	47.1	5.74
对比孔 1	10.77	2 317.3	15.1	9.14
对比孔 2	10.31	1 755.3	11.4	9.13

从图 11 可以看出,致裂后煤样的自然瓦斯流量明显高于对比孔流量,且距离致裂孔最近的1#孔自然流量最高,然后依次是2#孔和3#孔。同理,从表4来看,煤体致裂增透前煤层瓦斯透气性系数 λ 为0.121~0.132 $\text{m}^2 / (\text{MPa}^2 \cdot \text{d})$,致裂增透后,煤层瓦斯透气性系数 λ 为0.364~0.442 $\text{m}^2 / (\text{MPa}^2 \cdot \text{d})$,煤层致裂后,其透气性系数为原始煤层的3.18倍,煤层的透气性明显提高,透气系数从高到低排序为1#、2#、3#、对比孔2和对比孔1。由表5可知,CO₂致裂对煤层瓦斯抽采有明显的效果。致裂后瓦斯抽采量相较于对比孔1和对比孔2有明显增加,残余瓦斯含量明显降低,1#孔残余瓦斯含量最低达5.27 m^3 / t ,而对比孔1和对比孔2残余瓦斯含量最高,分别达到9.14 m^3 / t 与9.13 m^3 / t 。综合来看,瓦斯在煤岩中的运移需要渗流孔隙,致裂前后渗流孔隙含量的变化见图9(a),渗流孔隙与煤岩中瓦斯自然流量、透气性系数和抽采量存在一致的变化关系,即在CO₂致裂后,与致裂孔接近的1#煤样渗流孔隙增多,同时其煤岩中瓦斯自然流量、透气性系数和抽采量也较高,随着与致裂孔距离增大,2#和3#煤样的渗流孔隙逐渐减少,同时其煤岩中瓦斯自然流量、透气性系数和抽采量较1#孔也有所降低。通过现场各取样孔与对比孔瓦斯自然流量的对比及透气性系数的计算,从宏观上也可以反映出CO₂致裂会迫使煤岩孔隙发育扩张,有利于消除煤与瓦斯突出。

4 结 论

1)通过高压压汞试验发现,致裂后煤样的孔容、平均孔直径和孔隙率较原煤有所提升,致裂后孔隙开放性更好,且各孔径段孔容都有所提升。通过低温氮吸附试验发现,与压汞试验结果一致,致裂后的孔容和平均孔直径均大于原煤,原煤存在较多墨水瓶形孔隙,致裂后转变为开放型孔隙。

2)通过将低温氮吸附试验与压汞试验相结合,消除了压汞试验因为压力过大导致微孔、小孔阶段煤基质压缩所带来的误差,较为真实地反映了致裂前后煤样的全尺寸孔径分布情况。CO₂致裂主要使孔径在10 000~100 000 nm的孔隙有较为明显的发育扩张,同时孔径在40~10 000 nm的孔隙受致裂效果影响也有发育扩张。煤岩中存在渗流孔隙和扩散孔隙,致裂后渗流孔隙体积和百分比均先增长后逐步降低,而扩散孔体积先增长后降低,百分比先降低后逐步回升。对低温氮吸附和压汞试验结果综合分析认为,增长的微孔、小孔是开放型孔隙。各孔径

段的孔隙孔容和类型变化表明CO₂致裂会破坏瓦斯的储集场所,使其转化为有利于瓦斯在煤岩中运移的通道。

3)通过扫描电镜对比致裂前后煤样孔隙结构特征变化,验证低温氮吸附和压汞试验结果,致裂后煤样开放型孔隙增多。现场对致裂后取样孔进行瓦斯抽采,测定瓦斯自然流量,计算透气性系数和瓦斯抽采量,同时将其与渗流孔隙变化相结合,从宏观上也可以反映出CO₂致裂会迫使煤岩孔隙发育扩张,有利于消除煤与瓦斯突出。

References(参考文献):

- [1] LI Sheng(李胜), ZHANG Haohao(张浩浩), FAN Chaojun(范超军), et al. Coal seam dual media model and its application to the proper interpolation among the boring-holes in gas extraction[J]. *Journal of Safety and Environment*(安全与环境学报), 2018, 18(4): 1284-1289.
- [2] TANG Jupeng(唐巨鹏), YU Ning(于宁), CHEN Shuai(陈帅). Impact of the gas pressure on the jet outburst energy of coal and gas[J]. *Journal of Safety and Environment*(安全与环境学报), 2017, 17(3): 943-948.
- [3] DONG Qingxiang(董庆祥), WANG Zhaofeng(王兆丰), HAN Yabei(韩亚北), et al. Research on TNT equivalent of liquid CO₂ phase-transition fracturing[J]. *China Safety Science Journal*(中国安全科学学报), 2014, 24(11): 84-88.
- [4] LI Xijian(李希建), LIN Baiquan(林柏泉), SHI Tianhu(施天虎). Experimental study on pore structures of outburst coal and its adsorption properties at typical mining fields in Guizhou Province[J]. *Journal of Mining and Safety Engineering*(采矿与安全工程学报), 2013, 30(3): 415-420.
- [5] YUE Lixin(岳立新), SUN Keming(孙可明). The influence law of action time by supercritical CO₂ on permeability and porosity of coal[J]. *Chinese Journal of Applied Mechanics*(应用力学学报), 2018, 35(5): 1170-1176, 1194.
- [6] ZHANG Dongming(张东明), BAI Xin(白鑫), YIN Guangzhi(尹光志), et al. Research and application on technology of increased permeability by liquid CO₂ phase change directional jet fracturing in low-permeability coal seam[J]. *Journal of China Coal Society*(煤炭学报), 2018, 43(7): 1938-1950.
- [7] SUN Keming(孙可明), XIN Liwei(辛利伟), WANG Tingting(王婷婷), et al. Simulation research on law of coal fracture caused by supercritical CO₂ explosion[J]. *Journal of China University of Mining & Technology*(中国矿业大学学报), 2017, 46(3): 501-506.
- [8] SUN Keming(孙可明), WU Di(吴迪), SU Aiguo(粟爱国), et al. Coupling experimental study of coal permeability with pore pressure-effective volume stress-temperature under supercritical carbon dioxide action[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*(岩石力学与工程学报), 2013, 32(S2): 3760-3767.
- [9] SUN Keming(孙可明), REN Shuo(任硕), ZHANG Shucui(张树翠), et al. Experimental study on seepage law of supercritical CO₂ in low permeability coal seam[J]. *Journal of Experimental Mechanics*(实验力学), 2013, 28(1): 117-120.
- [10] LI Haojun(李豪君), WANG Zhaofeng(王兆丰), CHEN Xi'en(陈喜恩), et al. Optimization of borehole layout parameters based on fracturing technology of liquid CO₂ phase[J]. *Coal Geology & Exploration*(煤田地质与勘探), 2017, 45(4): 31-37, 43.
- [11] ZHAO Difei(赵迪斐), GUO Yinghai(郭英海), MAO Xiaoxiao(毛潇潇), et al. Characteristics of macro-nanopores in anthracite coal based on mercury injection, nitrogen adsorption and FE-SEM[J]. *Journal of China Coal Society*(煤炭学报), 2017, 42(6): 1517-1526.
- [12] ZHU Jie(祝捷), ZHANG Min(张敏), CHUAN Lijing(传李京), et al. Experimental study on coal strain induced by methane sorption/desorption and effect of pore features[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*(岩石力学与工程学报), 2016, 35(S1): 2620-2626.
- [13] LI Xijian(李希建), SHEN Zhonghui(沈仲辉), LIU Yu(刘钰), et al. The experimental research on the impact of pore structure in tectonic coal and primary structure coal on gas adsorption-desorption characteristics in northwestern Guizhou[J]. *Journal of Mining and Safety Engineering*(采矿与安全工程学报), 2017, 34(1): 170-176.
- [14] SING K S W, EVERETT D H, HAUL R A W, et al. Reporting physisorption data gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity[J]. *Pure and Applied Chemistry*, 1985, 57(4): 603-619.
- [15] HUODUOTE B B. *Coal and gas outburst mechanism*(煤与瓦斯突出)[M]. SONG Shizhao(宋世钊), WANG Youan(王佑安), tran. Beijing: China Industry

- Press, 1996.
- [16] LI Y H, LU G Q, RUDOLPH V. Compressibility and fractal dimension of fine coal particles in relation to pore structure characterisation using mercury porosimetry[J]. *Particle Systems Characterization*, 1999, 16(1): 25–31.
- [17] CLARKSON C R, BUSTIN R M. Variation in micropore capacity and size distribution with composition in bituminous coal of the Western Canadian Sedimentary Basin: implication for coalbed methane potential [J]. *Fuel*, 1996, 75(13): 1483–1489.
- [18] KUILA U, PRASAD M. Specific surface area and pore-size distribution in clays and shales [J]. *Geophysical Prospecting*, 2013, 61(2): 341–362.
- [19] DU Yi(杜艺). *Experimental study on mineral geochemistry reaction and its inducing the reservoir structure response of ScCO₂ into the coal seam*(ScCO₂注入煤层矿物地球化学及其储层结构响应的实验研究) [D]. Xuzhou: China University of Mining and Technology, 2018.
- [20] ZHU Jie(祝捷), ZHANG Bo(张博), WANG Quanqi(王全启), et al. Correlation between pore structure of coal and dynamic instability characteristics of coal and rock[J]. *Journal of China University of Mining & Technology*(中国矿业大学学报), 2018, 47(1): 97–103.

Influence of CO₂ cracking on the coal and rock pore based on the nitrogen adsorption and mercury press combined experiment

JIANG Ze-biao¹, PENG Xin¹, WEI Shan-yang¹, LI Bo-bo¹, DENG Chuan^{2,3}

(1 College of Mining, Guizhou University, Guiyang 550025, China; 2 Chongqing Research Institute, China Coal Technology and Engineering Group, Chongqing 400039, China; 3 Guizhou Anhe Mining Technology and Engineering Company Limited, Guiyang 550081, China)

Abstract: The present paper is to engage itself in a study of the effect of carbon dioxide cracking on the coal rock pores with the method of low-temperature nitrogen adsorption along with the mercury intrusion. The said experiment can help to specify and determine quantitatively the pore changes in the coal rock pre-&-pro cracking. The research need comes from the vital impact of

the pore structure in the coal rock on the gas migration and enrichment. Besides, it is also necessary to analyze qualitatively and macroscopically the effects of the carbon dioxide crack on the pore size distribution and the pore structure of coal and rock by the electronic microscopic scanning (EMS) and measuring the natural flow and gas permeability coefficient of the coal gas as the result of cracking. The results of the above experiment can also exhibit that the carbon dioxide cracking helps to force the pore structure of the microspore in the coal rocks to change from the ink-shaped pores to the open ones so that the capacity of each pore size segment can expand and push the cracking of the pores with the size of 10 000–100 000 nm to exhibit their visible development and expansion. And, in accordance with the existence of the seepage pores and diffusion pores in the coal rocks, the seepage pores as the result of the crack can gradually exhibit the lower growth of increase in the content and the percentage change. The change of the diffusion pores should be consistent with the trend of the seepage pores, but their percentage change may first gradually contract and then expand. Therefore, with the help of the electronic scanning microscopy, the measurement of the gas natural flow change and the calculation of the gas permeability coefficient and the other auxiliary means can help to conclude that the carbon dioxide cracking has a significant impact on the pores and the elimination effect on the coal and gas outburst.

Key words: safety engineering; coal and gas outburst; CO₂ cracking; pore type; pore characteristics; pore size distribution

CLC number: X936 Document code: A

Article ID: 1009-6094(2021)01-0101-08