

中文引用格式:周西华,周露函,姜延航,等.多因素对液态CO<sub>2</sub>冻融致裂煤体的影响试验研究[J].中国安全科学学报,2023,33(7):58-67.

英文引用格式:ZHOU Xihua, ZHOU Luhan, JIANG Yanhang, et al. Experimental study on influence of multiple factors on liquid CO<sub>2</sub> freeze-thaw cracking coal[J].China Safety Science Journal, 2023,33(7):58-67.

## 多因素对液态CO<sub>2</sub>冻融致裂煤体的影响试验研究\*

周西华<sup>1,2</sup>教授,周露函<sup>\*\*1,3</sup>讲师,姜延航<sup>1</sup>,白刚<sup>1</sup>副教授,刘天祥<sup>1</sup>,王学鹏<sup>1</sup>  
(1 辽宁工程技术大学安全科学与工程学院,辽宁葫芦岛125105;2 矿山热动力灾害与防治教育部重点实验室,辽宁葫芦岛125105;3 铜仁职业技术学院工学院,贵州铜仁554300);

中图分类号:X936 文献标志码:A DOI: 10.16265/j.cnki.issn1003-3033.2023.07.0116

资助项目:辽宁省教育厅青年项目(LJ2019QL002);大学生创新创业训练计划项目(X202010147099);辽宁工程技术大学学科创新团队资助项目(LNTU20TD-29)。

**【摘要】**为研究多因素耦合对液态CO<sub>2</sub>冻融致裂煤体的影响,采用自主研发的液态CO<sub>2</sub>冻融致裂试验装置,利用核磁共振测试技术,测定不同影响因素下液态CO<sub>2</sub>冻融致裂后煤体的孔隙度,分别研究液态CO<sub>2</sub>冻结时间( $t$ )、冻融循环次数( $n$ )和煤体含水饱和度( $W$ )对煤体孔隙度( $\varphi$ )的影响;采用响应曲面法设计试验,构建 $\varphi$ 与 $t$ 、 $n$ 和 $W$ 的二次回归响应曲面模型,分析 $t$ 、 $n$ 和 $W$ 单独及耦合作用时对 $\varphi$ 的敏感程度及影响特征,并预测优化与验证不同影响因素下的 $\varphi$ 。结果表明:随着 $t$ 的延长和 $n$ 的增多, $\varphi$ 呈指数函数关系变化,随 $W$ 的增大, $\varphi$ 呈线性关系增加;影响因素 $t$ 、 $n$ 和 $W$ 均为 $\varphi$ 的极显著项(显著性判别值 $P<0.01$ ),对 $\varphi$ 影响的主次关系为: $n>W>t$ 。交互项 $nt$ 交互作用极显著, $nW$ 交互作用次之, $Wt$ 交互作用不显著,对 $\varphi$ 影响的主次关系为: $nt>nW>Wt$ 。模型预测当 $t$ 、 $n$ 和 $W$ 分别为57 min、19次、96%时, $\varphi$ 达到最大值(9.47%),4组试验值与模型预测值平均误差为2.98%,所测 $\varphi$ 平均值为9.58%, $\varphi$ 较优化之前(8.94%)提高了7.16%。

**【关键词】**冻融致裂; 液态CO<sub>2</sub>; 孔隙度; 冻结时间; 冻融循环次数; 含水饱和度

### Experimental study on influence of multiple factors on liquid CO<sub>2</sub> freeze-thaw cracking coal

ZHOU Xihua<sup>1,2</sup>, ZHOU Luhan<sup>\*\*1,3</sup>, JIANG Yanhang<sup>1</sup>, BAI Gang<sup>1</sup>,  
LIU Tianxiang<sup>1</sup>, WANG Xuepeng<sup>1</sup>

(1 College of Safety Science and Engineering, Liaoning Technical University, Huludao Liaoning 125105, China; 2 Key Laboratory of Mine Thermodynamic Disasters and Control of Ministry of Education (Liaoning Technical University), Huludao Liaoning 125105, China; 3 Engineering College, Tongren Polytechnic College, Tongren Guizhou 554300, China)

**Abstract:** In order to study the coupling influence of multi-factor on liquid CO<sub>2</sub> freeze-thaw cracking coal, a liquid CO<sub>2</sub> freeze-thaw cracking test device was designed. The nuclear magnetic resonance testing technology was used to measure the porosity of coal after liquid CO<sub>2</sub> freeze-thaw cracking under different

\* 文章编号:1003-3033(2023)07-0058-10; 收稿日期:2023-02-20; 修稿日期:2023-05-10

\*\* 通信作者:周露函(1995—)女,贵州毕节人,硕士,讲师,主要从事安全工程方面的工作。E-mail:honor\_zlh@163.com。

influencing factors. The effects of liquid CO<sub>2</sub> freezing time ( $t$ ), number of freeze-thaw cycles ( $n$ ) and water saturation ( $W$ ) on coal porosity ( $\varphi$ ) were studied. The quadratic regression response surface model of  $\varphi$  with  $t$ ,  $n$  and  $W$  was constructed by response surface method. The sensitivity of  $t$ ,  $n$  and  $W$  to  $\varphi$  single and coupled was analyzed, and the influence characteristics were predicted, optimized and verified under different influencing factors. The results show that the  $\varphi$  changes exponentially with the increase of  $t$  and  $n$ , and linearly with the increase of  $W$ . The influencing factors  $t$ ,  $n$  and  $W$  are all extremely significant terms of  $\varphi$  (significant discriminant value  $P < 0.01$ ), and the influence relationship of to  $\varphi$  is as follows:  $n > W > t$ . The interaction between  $nt$  and  $Wt$  is very significant, followed by  $nW$  and  $Wt$ . The primary and secondary effects on  $\varphi$  are  $nt > nW > Wt$ . When  $t$ ,  $n$  and  $W$  are 57 min, 19 times and 96%, respectively, the maximum value of  $\varphi$  is 9.47%. The average error between the four test values and the predicted value of the model is 2.98%, and the measured average value of  $\varphi$  is 9.58%, which is 7.16% higher than that before optimization (8.94%).

**Keywords:** freeze-thaw cracking; liquid CO<sub>2</sub>; porosity; freeze time; number of freeze-thaw cycles; water saturation

## 0 引言

我国煤层透气性差,不利于瓦斯抽采,威胁煤矿安全<sup>[1-2]</sup>。密集钻孔<sup>[3]</sup>、水力压裂<sup>[4]</sup>、水力冲孔<sup>[5]</sup>和高压水射流<sup>[6]</sup>技术的应用,提高了煤层透气性,有利于瓦斯抽采。但随瓦斯压力降低及水锁效应导致煤层渗透率下降,抽采量降低。一些学者将液态 CO<sub>2</sub> 注入煤岩中,利用其相变膨胀性质实现冷裂煤岩<sup>[7-9]</sup>。低温液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂技术,不会堵塞瓦斯运移通道<sup>[10-11]</sup>。利用煤对 CO<sub>2</sub> 较强的吸附特性,将煤层中 CH<sub>4</sub> 置换驱替出来,提高 CH<sub>4</sub> 抽采效率,CO<sub>2</sub> 被煤吸附而封存在煤层中<sup>[12]</sup>,提高能源的利用率,实现碳封存。

近年来,一些学者开展了液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂煤体提高煤层渗透性的试验研究。如周西华等<sup>[13]</sup>基于损伤力学和空气动力学,探究了液态 CO<sub>2</sub> 的爆破原理,研究最优钻孔参数,并利用 FLAC<sup>3D</sup> 软件验证了液态 CO<sub>2</sub> 爆破技术致裂煤体的实效性;LIU Xianfeng 等<sup>[14]</sup>采用压汞法分析了液态 CO<sub>2</sub> 相变对煤孔隙结构和渗透率的影响机制,结果表明:液态 CO<sub>2</sub> 能够有效增透煤层;文虎等<sup>[15]</sup>利用扫描电镜和核磁共振测试技术,研究了3种不同煤质的煤样在 CO<sub>2</sub> 溶浸下煤体孔隙的演化特征,认为液态 CO<sub>2</sub> 溶浸可有效促进煤体裂隙发育,提高煤体的渗透性;翟成等<sup>[16]</sup>利用核磁共振和超声波仪,研究了液态 CO<sub>2</sub> 低温作用前后煤体的波速、多尺度孔隙结构演化特征,结果表明:不同层理方位的煤体致裂效果具有明显的各向异性;徐吉钊等<sup>[17]</sup>利用核磁共振技术

探究了液态 CO<sub>2</sub> 循环作用褐煤孔隙的几何特征演化特征,认为液态 CO<sub>2</sub> 循环冻融作用能够促进煤基质内多尺度孔隙结构的扩容及延伸;赵丹等<sup>[18]</sup>基于液态 CO<sub>2</sub> 气爆致裂增透技术,优化了布孔方案,结果表明:增透后煤层的透气性系数大幅度提高,瓦斯抽采体积分数提高了 73.7%;徐阳等<sup>[19]</sup>认为,增加冻融循环次数可提高煤层的透气性。

上述研究大都集中于液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂煤体过程中单因素对提高煤层内部的孔隙度和渗透率的影响,在实际生产中液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂煤体效果(提高孔隙度)受多个因素共同影响,考虑各因素单独及共同交互耦合作用对煤体孔隙度的影响研究较少。鉴于此,笔者拟以辽宁省小凌河矿煤样为例,利用自主研发的液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂试验装置,采用相应曲面法设计试验,研究多影响因素(冻结时间  $t$ 、冻融循环次数  $n$  和含水饱和度  $W$ )作用下的煤体孔隙度的变化及液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂煤体的特性,为优化液态 CO<sub>2</sub> 冻融致裂煤体技术参数提供理论和试验基础依据。

## 1 液态 CO<sub>2</sub> 冻融试验

### 1.1 煤样制备

试验煤样选自小凌河煤矿,采样地点为-700 m 水平北二区-625 m 阶段南翼回风巷道,煤层为烟煤,透气性差。沿原煤层理垂直方向钻取直径为 50 mm 的煤心,将煤心切割成直径×长度约为 50 mm×100 mm 圆柱试件,用保鲜膜将其包裹置于真空干燥箱中保存。试验煤样的工业分析见表 1。

表1 煤样的工业分析参数

Tab.1 Industrial analysis parameters of coal samples %

煤种	水分 $M_{ad}$	灰分 $A_{ad}$	挥发分 $V_{ad}$	固定碳 $FC_{ad}$
烟煤	2.14	26.06	29.63	42.17

不同含水饱和度煤样的制备:

1) 将煤样置真空干燥箱中,恒温温度为100℃,每隔1h称重一次,直至2次煤样质量的相对变化小于0.1%,此时干燥煤样的质量记为 $m_d$ 。

2) 将干燥煤样放置真空饱水装置中充分饱水,真空压力为-0.1MPa,每隔6h称一次,直至2次质量不再变化,则认为已充分饱和,此时饱水煤样的质量记为 $m_s$ 。

3) 将饱水煤样放置于真空干燥箱中100℃干

燥,间隔称重,直至目标干燥质量,自然冷却后放入密封袋。

目标干燥质量计算方法:试验煤样含水饱和度 $S_0$ 分别为0%、20%、40%、60%、80%、100%,则目标干燥质量 $m = S_0(m_s - m_d) + m_d$ <sup>[20]</sup>。

4) 重复步骤1)—3),即可完成不同含水饱和度煤样的制备。

## 1.2 试验装置

自主研发的液态CO<sub>2</sub>冻融试验装置主要包括:液态CO<sub>2</sub>冻融试验系统,真空饱水系统,低场核磁共振测试系统;由低场核磁共振分析仪及其辅助系统组成,试验装置如图1所示。

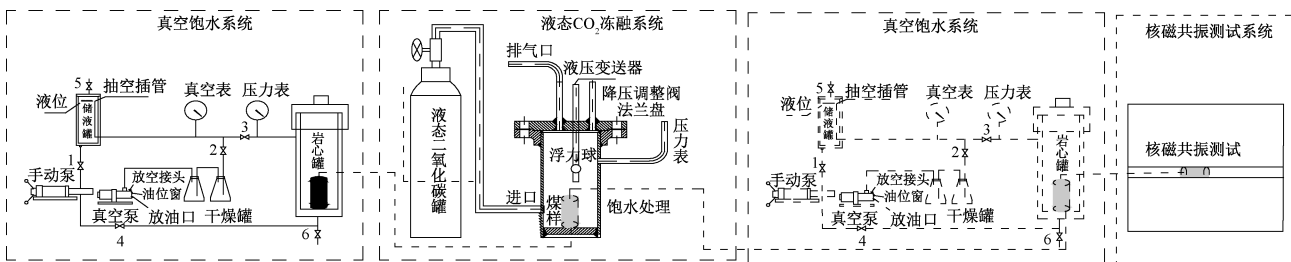


图1 试验装置

Fig.1 Test device

## 1.3 试验步骤

1) 将煤样放入冷浸罐,连接法兰盘,检查气密性,关闭冷浸罐排气口,打开液态CO<sub>2</sub>储罐阀门。

2) 注入液态CO<sub>2</sub>,冷浸罐压力表压力超过1MPa时关闭阀门,打开液态CO<sub>2</sub>储罐的进出液阀。

3) 为确保冷浸罐内煤样被液态CO<sub>2</sub>完全浸泡,罐内设有磁性浮球液压变送器,根据浮球位置实时监测罐内液态CO<sub>2</sub>的高度,当冷浸罐内压力过大时需及时打开排气口卸压(压力保持1~2MPa)。

4) 冷浸结束后,打开排气口卸压,压力表恢复0MPa时打开法兰盘。

5) 真空饱水,将煤样放入真空装置中饱水,然后将煤样放入低场核磁共振系统中测试煤体内部孔隙变化。

## 1.4 试验条件设定

孔隙度对于评估致裂增透和瓦斯抽采难度具有重要意义。 $t$ 、 $n$ 、 $W$ 均能够造成煤体孔隙结构不同程度的损伤。为提高煤体孔隙度,常采用延长液态CO<sub>2</sub>致裂煤体的作用时间、增加循环次数的方法,这会导致液态CO<sub>2</sub>灌注成本增加。此外煤层含水性也会对增透效果产生明显差异。因此,为分析 $t$ 、 $n$ 、

$W$ 对致裂孔隙度的影响,分别选取 $t$ 为:10、25、50、100和150min; $n$ 为:0、5、10、15、20次; $W$ 为:0%、20%、40%、60%、80%和100%。每次试验设定2个影响因素不变,改变另1个影响因素,探究单一因素对煤体孔隙度的影响。共进行14组试验,试验条件见表2。然后以单因素试验结果为基础,采用响应曲面法分析各影响因素单独及耦合作用对煤体孔隙度的影响。

煤体孔隙度是表征煤体孔隙的重要指标。一般认为,孔隙度与核磁信号量呈线性相关,通过检测出煤样核磁信号量,与已知标准孔隙度样品进行对比标定,即可得出煤样的孔隙度<sup>[21]</sup>。具体为:首先标定6个标准孔隙度样品(已知其孔隙度大小),依次测试每个标准孔隙度样品的信号量大小,确定标样的单位体积信号幅值与孔隙度变化关系,通过拟合得到核磁信号量—孔隙度的线性表达式,即孔隙度标线,如图2所示。

由图2可以看出,拟合标线方程为:

$$A_1 = 39.596\varphi + 1.263 \quad (1)$$

式中: $A_1$ 为标样的单位体积核磁信号幅值; $\varphi$ 为孔隙度,%。

将煤样完全饱水后,利用低场核磁共振技术检

表 2 单因素试验条件

Tab.2 Single factor test conditions

试验序号	$t / \text{min}$	$n / \text{次}$	$W / \%$	备注
1	10	0	100	冻结时间影响
2	25	0	100	
3	50	0	100	
4	100	0	100	
5	150	0	100	
6	10	5	100	循环次数影响
7	10	10	100	
8	10	15	100	
9	10	20	100	
10	10	0	0	含水饱和度影响
11	10	0	20	
12	10	0	40	
13	10	0	60	
14	10	0	80	

100、150 min, 进行不同冻结时间下液态 CO<sub>2</sub> 冻融试验, 得到煤样 T<sub>2</sub> 谱测试结果如图 3 所示。

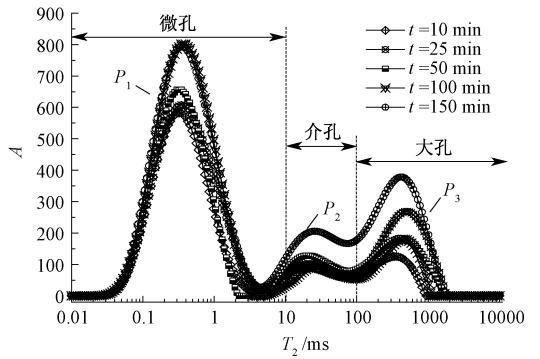


图 3 不同冻结时间的煤样 T<sub>2</sub> 图谱

Fig.3 T<sub>2</sub> spectra of coal samples with different freezing times

由图 3 可知:不同冻结时间下煤样 T<sub>2</sub> 谱的 3 个峰值呈现增加-减小-增加的特征, 第 1 个峰面积最大, 第 3 个峰面积次之, 第 2 个峰面积最小。说明煤样小孔数量多且发育好, 其次是大孔, 中孔较差。冻融时间延长, 各级孔隙的幅值增加、数量增加。不同冻结时间下煤样孔隙度拟合结果如图 4 所示。

由图 4 可知:  $W = 100\%$ 、 $n = 0$  时,  $t$  增加, 煤体孔隙度增大, 但增加梯度逐渐变小, 符合指数函数变化, 即:  $\varphi = 7.217 - 1.806 \exp(-0.0215t)$ 。分析原因: 饱水状态, 在液态 CO<sub>2</sub> 的作用下, 煤样表面水结冰, 驱赶未冻水向煤样内部迁移, 产生水压力, 煤岩体积膨胀, 且水-冰相变也引起体积膨胀, 进而造成煤岩的破坏。初始阶段冻结时间增加, 煤样内更多的水冻结成冰, 压力增大, 冰对煤内部基质颗粒的胶结作用和孔隙的充填作用增加, 破坏程度增强, 致裂增透效果明显。随着冻结时间的继续增加, 煤样中的水逐渐减少, 产生水压力逐渐减小, 煤岩破坏程度减弱。

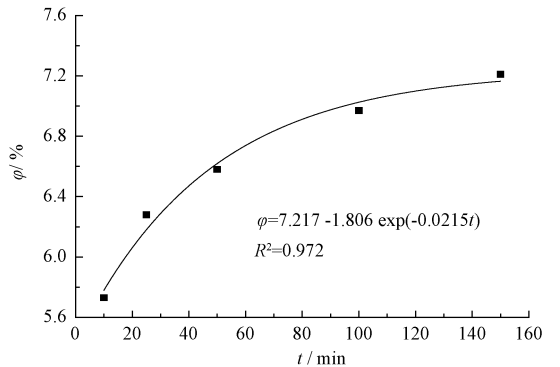


图 4 煤体孔隙度随液态 CO<sub>2</sub> 冻结时间变化特征

Fig.4 Variation of coal porosity with freezing time of liquid CO<sub>2</sub>

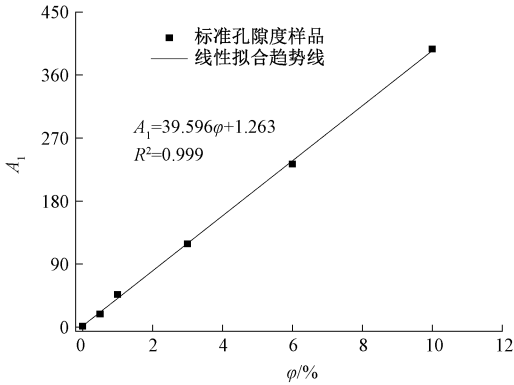


图 2 孔隙度与核磁信号幅值的标线方程

Fig.2 Line equation of porosity and nuclear magnetic signal

测得到煤样的 T<sub>2</sub> 谱图, 已知煤样体积以及 T<sub>2</sub> 谱图中核磁信号幅值, 再根据式 (1), 即可直接计算出煤样总孔隙度, 其计算式为<sup>[22]</sup>:

$$\varphi = \frac{\int_{T_2} A dT_2}{V_1} - a \quad (2)$$

式中:  $a$  和  $b$  为标定系数, 分别为 1.263 和 39.596;  $V_1$  为煤样试件的体积, cm<sup>3</sup>;  $T_2$  为核磁共振弛豫时间, 0.01 ms ≤ T<sub>2</sub> ≤ 1 000 ms;  $A$  为核磁共振 T<sub>2</sub> 谱信号幅值。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 冻结时间对孔隙度影响

设定  $W = 100\%$ 、 $n = 0$ ,  $t$  分别设为 10、25、50、

## 2.2 冻融循环次数对孔隙度影响

设定  $W=100\%$ 、 $t=10\text{ min}$ 、 $n$  分别为 0、5、10、15、20 次,进行不同冻融循环次数下液态  $\text{CO}_2$  冻融致裂煤样试验,不同冻融循环次数煤样  $T_2$  谱图测试结果如图 5 所示。

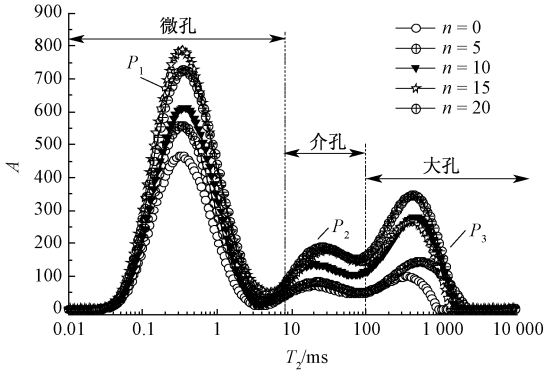


图 5 不同冻融次数的煤样  $T_2$  图谱

Fig.5  $T_2$  spectrum of coal samples with different freezing and thawing times

由图 5 可知:循环冻融煤样的  $T_2$  谱图中第 1 个峰最高,第 3 个峰次之,第 2 个峰最低。煤样的微小孔数量多且发育好,中孔和大孔的发育较差且数量少。随着冻融次数增加, $T_2$  曲线幅值增加,说明冻融次数对煤体的孔隙结构损伤有积极影响。不同冻融循环次数与煤样孔隙度拟合结果如图 6 所示。

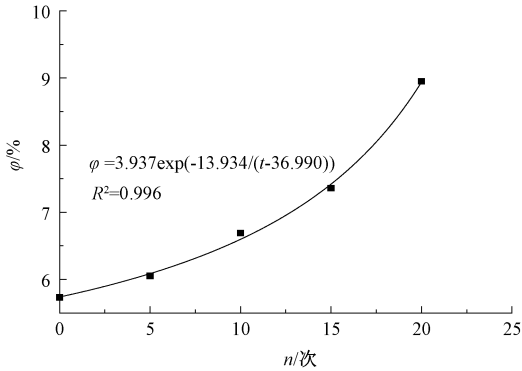


图 6 煤体孔隙度随液态  $\text{CO}_2$  冻融循环次数变化特征

Fig.6 Variation of coal porosity with number of freeze-thaw cycles of liquid  $\text{CO}_2$

由图 6 可知:在  $W=100\%$ 、 $t=10\text{ min}$  时, $n$  增加,煤体孔隙度逐渐增大,满足指数函数关系,即:  $\varphi = 3.937\exp(-13.934/(n-36.990))$ 。原因为:冻融损伤是逐渐积累的,冻融循环次数越多,煤体受到冷冲击-升温的变化次数越多,煤体内部产生疲劳损伤,孔隙扩展、延伸与连通更为剧烈,孔隙度的增

速也就越大。温度骤变及温度冲击作用在煤岩内部产生较高的温度应力,造成煤样内孔裂隙尖端的应力集中,同时渗入到煤样的液态  $\text{CO}_2$  会受热气化膨胀,体积增大 600 余倍,使煤样原有裂隙撑大、连通,二者共同循环作用导致孔裂隙不断扩容。

## 2.3 含水饱和度对孔隙度的影响

设定  $n=0$  次、 $t=10\text{ min}$ 、 $W$  为 0%、20%、40%、60%、80%、100%,进行不同含水饱和度的液态  $\text{CO}_2$  冻融致裂煤样试验,得出煤样  $T_2$  谱图测试结果如图 7 所示。

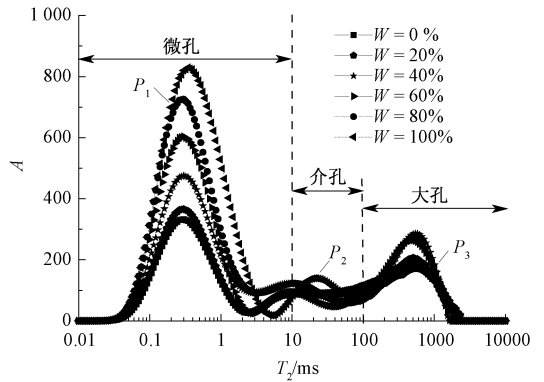


图 7 不同含水饱和度的煤样  $T_2$  图谱

Fig.7  $T_2$  spectra of coal samples with different water saturation

由图 7 可知:含水饱和度增加, $T_2$  曲线幅值增加,煤体出现更多尺寸的孔隙,各尺寸孔隙的数量也不同程度的增加。不同含水饱和度下煤样孔隙度拟合结果如图 8 所示。

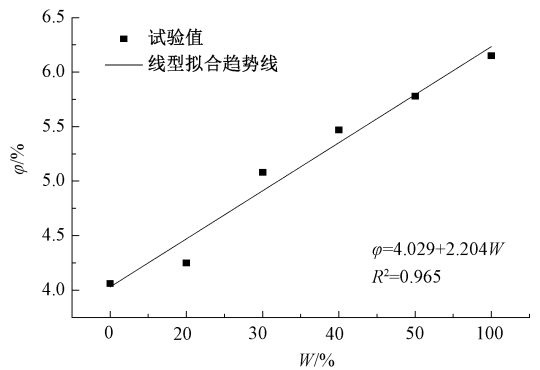


图 8 液态  $\text{CO}_2$  冻融不同含水煤体的孔隙度变化特征

Fig.8 Porosity variation of liquid  $\text{CO}_2$  freezing-thawing coal with different water content

由图 8 可知: $n=0$  次、 $t=10\text{ min}$  时,煤体孔隙度随  $W$  的增加而逐渐增大,符合线性关系,即:  $\varphi = 4.029 + 2.204W$ 。分析其原因:干燥煤样孔裂隙破

坏主要是由温度应力引起,煤体水分增加时,煤样不仅存在温度应力造成的内部结构损伤,还增加了水引起的破坏作用。煤样内部分水结冰,产生水压力,且水-冰相变产生的膨胀力导致孔隙裂隙迅速扩展。在煤样饱水时,孔裂隙内的水分完全结成冰,体积膨胀造成煤基质的收缩破坏,故含水饱和度越高,煤样的增透效果越好。

### 3 响应曲面法试验设计与预测

#### 3.1 响应曲面优化试验

上述研究单因素对孔隙度的影响,是假设各因素之间不存在交互作用的前提下,每次只改变1个因素,其他因素保持不变,分析各因素对孔隙度的影响。然而,各影响因素之间通常都存在一定的交互作用。响应曲面法是一种寻求最优试验条件的分析方法,通过影响因素筛选、试验设计、模型构建和检验、数据分析,最终获得最优试验因素组合。该法适用于评估各影响因素单独作用及交互作用的显著性,以及对试验参数的预测及优化。与传统的单因素法和正交试验法相比,它可以确定各影响因素之间的交互作用及建立多个因素与响应值之间的关系函数,实现多因素耦合作用对响应值的预测及优化<sup>[23-24]</sup>。以液态 CO<sub>2</sub> 冻融含水煤样单因素试验分析数据为基础,以  $\varphi$  为响应值,以  $t$ 、 $n$  和  $W$  为影响因素,响应曲面设计过程中对3个影响因素分别取 -1、0、1 为每个因素的水平编码,代号分别为  $X_t$ 、 $X_n$ 、 $X_w$ ,各因素的取值范围分别为: $t=50\sim 150\text{ min}$ 、 $n=10\sim 20\text{ 次}$ 、 $W=40\%\sim 100\%$ ,各影响因素水平值与编码值对应关系见表3。

表3 响应面试验因素与水平设计

Tab.3 Response surface test factors and level design

影响因素	代号	编码及水平			间隔
		-1	0	+1	
$t/\text{min}$	$X_t$	50	100	150	50
$n/\text{次}$	$X_n$	10	15	20	5
$W/\%$	$X_w$	40	70	100	30

#### 3.2 响应曲面模型建立和分析

在 Design-Expert 8.06 软件中选择 Box-Behnken 设计方法,输入3个因素及响应值名称及对应单位,同时将3个因素取值结果(表3)录入所对应的编码水平中,由 Box-Behnken 组合试验原理设计得到17组响应曲面试验方案,然后根据试验方案依次进行组合因素下液态 CO<sub>2</sub> 冻融煤体试验,试验设计方

案及试验计算出的孔隙度结果见表4。

表4 试验设计方案及结果

Tab.4 Test design scheme and results

试验号	$X_t/\text{min}$	$X_n/\text{次}$	$X_w/\%$	$\varphi/\%$
1	100.00	15.00	70.00	6.7
2	50.00	20.00	70.00	8.87
3	100.00	20.00	40.00	3.89
4	100.00	10.00	100.00	5.94
5	100.00	15.00	70.00	6.85
6	100.00	15.00	70.00	6.59
7	50.00	15.00	40.00	3.82
8	50.00	10.00	70.00	3.45
9	150.00	15.00	40.00	3.85
10	150.00	10.00	70.00	7.01
11	100.00	15.00	70.00	6.76
12	50.00	15.00	100.00	6.69
13	150.00	15.00	100.00	8.34
14	150.00	20.00	70.00	3.84
15	100.00	20.00	100.00	8.94
16	100.00	10.00	40.00	3.71
17	100.00	15.00	70.00	6.97

由表4可知:在  $X_t$ 、 $X_n$  和  $X_w$  取值相同时, $\varphi$  值却不相同,这可能是每次试验的煤样试件不同(但采自同一煤块)及试验产生的误差导致。利用 Design-Expert 8.06 软件对表4的试验结果拟合多元回归方程,得到煤体孔隙度  $\varphi$  与液态 CO<sub>2</sub> 冻结时间  $X_t$ 、冻融循环次数  $X_n$  和煤体含水饱和度  $X_w$  之间的二次回归方程如下:

$$\begin{aligned} \varphi = & 6.77 + 0.026X_t + 0.68X_n + 1.83X_w - \\ & 2.15X_tX_n + 0.4X_tX_w + 0.7X_nX_w - \\ & 0.46X_t^2 - 0.52X_n^2 - 0.64X_w^2 \end{aligned} \quad (3)$$

其中, $50 \leq X_t \leq 150$ ;  $10 \leq X_n \leq 20$ ;  $40 \leq X_w \leq 100$ 。

利用 Design-Expert 8.06 软件对该拟合模型进行方差分析,结果见表5。表5中  $F$  为显著性检验特征值,其值越大,表示各因子对  $\varphi$  影响程度越大; $P$  为显著性判别值,其值大小反映各因子的显著性水平, $P$  值越小,表示越显著,其中, $P < 0.01$  为极显著, $0.01 < P < 0.05$  为显著, $P > 0.05$  为不显著<sup>[25]</sup>。

由表5可知:试验构建的  $\varphi$  与3个影响因素之间的模型达到极显著水平( $P=0.0001 < 0.01$ ),失拟项不显著( $P=0.4742 > 0.05$ ),说明所构建的模型可靠,可替代单因素试验分析试验结果。模型决定系数为0.975,校正决定系数为0.9428,相关性较好,说明模型可以预测94%以上的响应值,因而该模型选择恰当,可用于分析和预测  $\varphi$  与3个影响因素之间的变化关系。

表 5 回归方程方差分析

Tab.5 Analysis of variance of regression equation

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	56.14	9	6.19	30.25	< 0.000 1
$X_t$	2.17	1	2.17	13.62	0.008 2
$X_n$	26.79	1	26.79	130.88	< 0.000 1
$X_w$	3.69	1	3.69	18.00	0.003 8
$X_{tn}$	18.45	1	18.45	90.11	< 0.000 1
$X_{tw}$	0.66	1	0.66	3.21	0.116 5
$X_{nw}$	1.99	1	1.99	9.71	0.016 9
$X_{tt}$	0.90	1	0.90	4.41	0.073 8
$X_{nn}$	1.13	1	1.13	5.52	0.051 1
$X_{ww}$	1.70	1	1.70	8.31	0.023 5
残差	1.43	7	0.20	—	—
失拟项	0.43	3	0.12	0.98	0.474 2
纯误差	0.084	4	0.021	—	—
总和	58.42	16	$R^2=0.975$	$R_{Adj}^2=0.942 8$	

一次项  $X_t$  ( $P = 0.008 2$ )、 $X_n$  ( $P < 0.000 1$ )、 $X_w$  ( $P = 0.003 8$ ) 的影响达到极显著水平 ( $P < 0.01$ ), 对  $\varphi$  的影响程度顺序为:  $X_n$  ( $F = 130.88$ )  $>$   $X_w$  ( $F = 18.00$ )  $>$   $X_t$  ( $F = 13.62$ )。交互项冻结时间和冻融循环次数 ( $X_{tn}$ ) 对  $\varphi$  的影响极显著 ( $P < 0.000 1 < 0.01$ ), 交互项冻融循环次数和含水饱和度 ( $X_{nw}$ ) 对  $\varphi$  的影响显著 ( $0.01 < P = 0.016 9 < 0.05$ ), 交互项冻结时间和含水饱和度 ( $X_{tw}$ ) 对  $\varphi$  的影响不显著 ( $P = 0.116 5 > 0.05$ ), 交互项对  $\varphi$  的影响程度顺序为:  $X_{tn}$  ( $F = 90.11$ )  $>$   $X_{nw}$  ( $F = 9.71$ )  $>$   $X_{tw}$  ( $F = 3.21$ )。说明多因素耦合作用对  $\varphi$  的影响不是简单线性关系。

### 3.3 响应曲面交互性分析

设单因素不变, 其余 2 个因素交互效应对  $\varphi$  影响的三维响应曲面图及二维等高线图如图 9 所示, 图 9 可直观反映出 2 个因素交互效应的强弱和响应

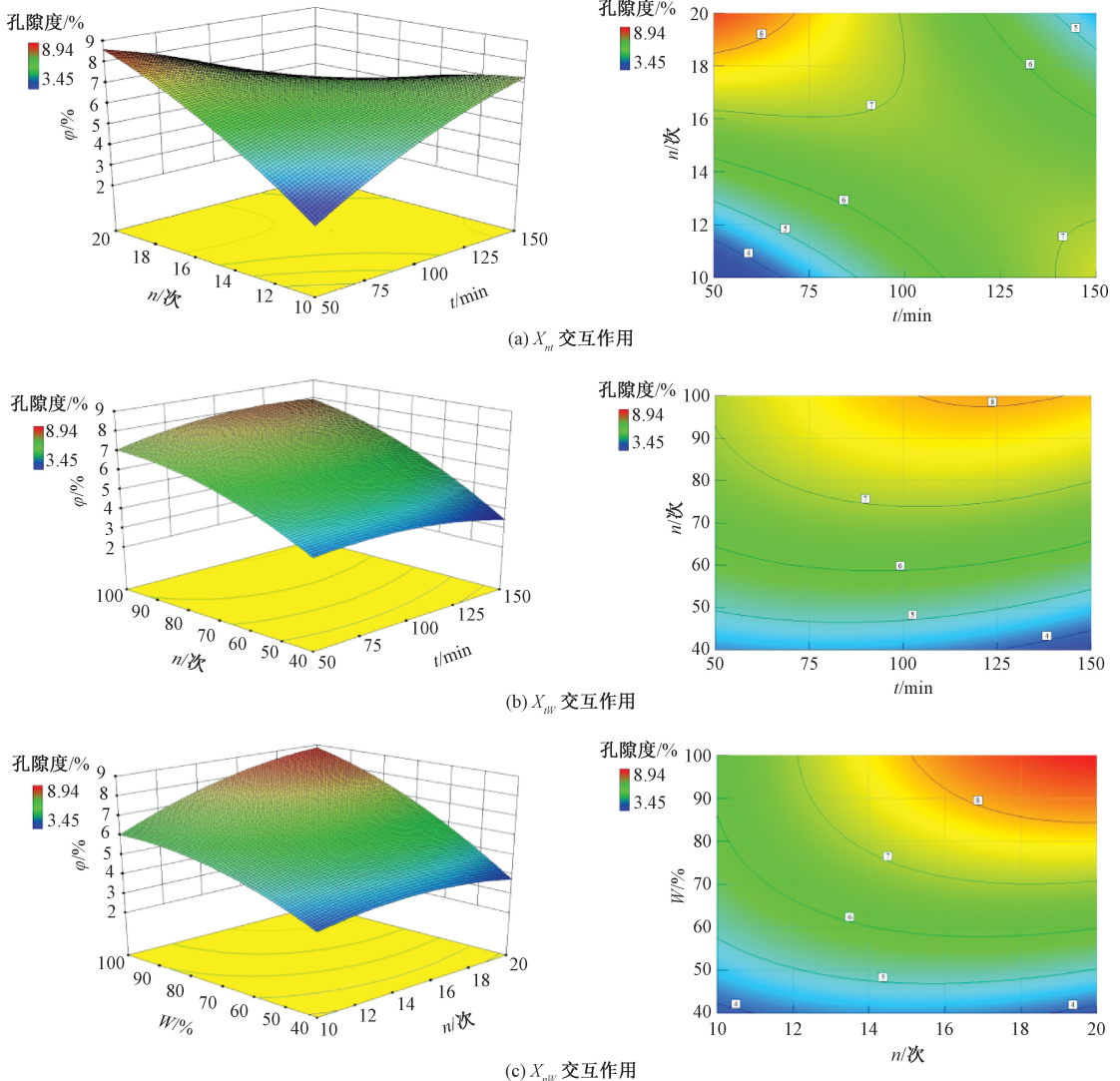


图 9 多因素交互作用对媒体孔隙度影响的响应曲面和等高线

Fig.9 Response surface and contour map of influence of multi-factor interaction on coal porosity

值随各因素的变化趋势<sup>[24-25]</sup>。响应曲面图越陡,则2个因素之间的交互作用对响应值的影响越显著。

由图9中可知:3个响应曲面图的陡峭程度由大到小为: $X_{tn} > X_{nw} > X_{tw}$ ,图9a中的响应曲面图较为陡峭,等高线近似呈椭圆状,说明 $X_{tn}$ 的交互作用对 $T$ 的影响最大,当 $X_w$ 一定时, $\varphi$ 随 $X_n$ 增长的速度大于 $X_t$ ,说明 $X_n$ 对 $\varphi$ 的影响程度大于 $X_t$ ;图9b中的响应面图最为平缓,说明 $X_n$ 一定时, $X_{nw}$ 的交互作用对 $\varphi$ 的影响很小, $\varphi$ 随 $X_w$ 增长的速度比 $X_t$ 增长的速度快,说明 $X_w$ 对 $\varphi$ 的影响程度大于 $X_t$ ;图9c中的响应面图较为平缓,说明当 $X_t$ 一定时, $X_{nw}$ 对 $\varphi$ 的影响较小。由此可见:单个因素及交互项对 $\varphi$ 影响大小顺序分别为: $X_n > X_w > X_t$ 、 $X_{tn} > X_{nw} > X_{tw}$ ,这与模型方差分析结果(表5)一致。

### 3.4 参数优化及验证

以 $X_n$ 、 $X_w$ 和 $X_t$ 为设计因素,以 $\varphi$ 为优化目标,根据试验所得结果及二次回归模型的数学分析结构,采用Design expert软件中Optimization优化功能,已知: $50 \leq X_t \leq 150$ 、 $10 \leq X_n \leq 20$ 、 $40 \leq X_w \leq 100$ ,优化时取 $X_n$ 为整数,3个因素分别在 $t=57$  min、 $n=19$ 次、 $W=96\%$ ,预测 $\varphi=9.47\%$ 为响应的极大值。在最佳条件下进行4组单因素试验,验证模型的适用性,预测值与试验值对比结果见表6。

由表6可以得出,试验值与模型预测值基本接近,误差较小。4组试验平均误差为2.98%,试验值与预测值接近。说明所构建的响应面模型能较好地模拟 $t$ 、 $n$ 和 $W$ 对 $\varphi$ 的影响特性,准确性满足要求。4组试验测得孔隙度的平均值为9.58%,较未优化

之前的8.94%提高了7.16%。

表6 预测值与试验值对比结果

Tab.6 Comparison of predicted and experimental values

序号	$\varphi/\%$		误差/%
	预测值	试验值	
1	9.47	9.78	3.27
2	9.47	9.73	2.75
3	9.47	9.13	3.59
4	9.47	9.69	2.32

## 4 结论

1) 液态CO<sub>2</sub>冻融致裂煤体试验结果表明:煤体孔隙度随冻结时间 $t$ 、冻融循环次数 $n$ 呈指数增加,随含水饱和度 $W$ 呈线性关系增加,且3个因素对孔隙度影响程度大小顺序为: $n > W > t$ 。多因素对孔隙度的影响程度为大小为: $n$ 和 $t > n$ 和 $W > W$ 和 $t$ 。

2) 响应曲面设计的孔隙度模型准确可靠,可用于分析预测3个因素对孔隙度的影响特性,当 $t=57$  min、 $n=19$ 次、 $W=9\%$ 时, $\varphi$ 达到极大值(9.47%)。试验表明:4组试验所测 $\varphi$ 平均值为9.58%,较优化前(8.94%)提高了7.16%。

3) 工程试验中优先考虑液态CO<sub>2</sub>注入次数的影响,循环注入次数增多可显著提高致裂效果,然后是增加煤层含水量,其次是延长液态CO<sub>2</sub>作用时间。

4) 本文仅考虑了3个因素单独及交互作用对煤体孔隙度影响,所得结论的适用性有待一步研究,今后应选取更多煤样、考虑更多因素的影响。

## 参考文献

- [1] 周银波,王思琪,赵周,等.碱性溶液对煤体甲烷吸附特征影响机制[J].中国安全科学学报,2020,30(4):28-32.  
ZHOU Yinbo, WANG Siqi, ZHAO Zhou, et al. Influence mechanism of alkaline solution on methane adsorption of coal[J]. China Safety Science Journal, 2020,30(4):28-32.
- [2] 白鑫,张东明,王艳,等.液态CO<sub>2</sub>相变射流压力变化及其煤岩致裂规律[J].中国矿业大学学报,2020,49(4):661-670.  
BAI Xin, ZHANG Dongming, WANG Yan, et al. Pressure variation and coal fracturing law of liquid CO<sub>2</sub> phase transition jet[J]. Journal of China University of Mining & Technology, 2020,49(4):661-670.
- [3] LIN Baiquan, LI He, YUAN Desheng, et al. Development and application of an efficient gas extraction model for low-rank high-gas coal beds[J]. International Journal of Coal Science & Technology, 2015,2(1):76-83.
- [4] YAN Fazhi, LIN Baiquan, XU Jiang, et al. Structural evolution characteristics of middle-high rank coal samples subjected to high-voltage electrical pulse[J]. Energy & Fuels, 2018,32(3):3263-3271.
- [5] 刘东,刘文.水力冲孔压裂卸压透抽采瓦斯技术研究[J].煤炭科学技术,2019,47(3):136-141.  
LIU Dong, LIU Wen. Research on gas extraction technology: hydraulic stamping and hydro fracture to pressure relief and

- permeability improvement [J]. *Coal Science and Technology*, 2019, 47(3): 136-141.
- [6] 张永将, 黄振飞, 李成成. 高压水射流环切割缝自卸压机制与应用[J]. *煤炭学报*, 2018, 43(11): 3 016-3 022.  
ZHANG Yongjiang, HUANG Zhenfei, LI Chengcheng. Investigation and application of high pressure water jet annularity slotting self pressure release mechanism[J]. *Journal of China Coal Society*, 2018, 43(11): 3 016-3 022.
- [7] LIU Yingke, ZHOU Fubao, WANG Jianlong, et al. Approach to increasing the quality of pressure-relieved gas drained from protected coal seam using surface borehole and its industrial application[J]. *International Journal of Coal Science & Technology*, 2015, 2(1): 46-51.
- [8] 贾进章, 李斌, 王东明. 煤层液态 CO<sub>2</sub> 相变致裂半径范围的影响因素研究[J]. *中国安全科学学报*, 2021, 31(4): 57-63.  
JIA Jinzhang, LI Bin, WANG Dongming. Study on influencing factors of cracking radius range caused by liquid CO<sub>2</sub> phase transition in coal seams[J]. *China Safety Science Journal*, 2021, 31(4): 57-63.
- [9] 马小敏. 液态 CO<sub>2</sub> 相变致裂影响有效抽采半径试验研究[J]. *煤炭科学技术*, 2019, 47(2): 88-93.  
MA Xiaomin. Effect of liquid CO<sub>2</sub> phase change fracturing on effective gas extraction radius-an experimental study[J]. *Coal Science and Technology*, 2019, 47(2): 88-93.
- [10] 马征. 煤体层理方向对液态 CO<sub>2</sub> 致裂增透的影响规律研究[D]. 北京: 中国矿业大学(北京), 2020.  
MA Zheng. Research on the influence law of coal seam bedding direction on liquid CO<sub>2</sub> cracking and permeability enhancement[D]. Beijing: China University of Mining (Beijing), 2020.
- [11] 王兆丰, 孙小明, 陆庭侃, 等. 液态 CO<sub>2</sub> 相变致裂强化瓦斯预抽试验研究[J]. *河南理工大学学报: 自然科学版*, 2015, 34(1): 1-5.  
WANG Zhaofeng, SUN Xiaoming, LU Tingkan, et al. Experiment research on strengthening gas drainage effect with fracturing technique by liquid CO<sub>2</sub> phase transition[J]. *Journal of Henan Polytechnic University: Natural Science*, 2015, 34(1): 1-5.
- [12] 苏现波, 宋金星, 郭红玉, 等. 煤矿瓦斯抽采增产机制及关键技术[J]. *煤炭科学技术*, 2020, 48(12): 1-30.  
SU Xianbo, SONG Jinxing, GUO Hongyu, et al. Production increasing mechanism and key technology of coal mine gas drainage[J]. *Coal Science and Technology*, 2020, 48(12): 1-30.
- [13] 周西华, 门金龙, 宋东平, 等. 煤层液态 CO<sub>2</sub> 爆破增透促抽瓦斯技术研究[J]. *中国安全科学学报*, 2015, 25(2): 60-65.  
ZHOU Xihua, MEN Jinlong, SONG Dongping, et al. Research on increasing coal seam permeability and promoting gas drainage with liquid CO<sub>2</sub> blasting[J]. *China Safety Science Journal*, 2015, 25(2): 60-65.
- [14] LIU Xianfeng, NIE Baisheng, GUO Kunyong, et al. Permeability enhancement and porosity change of coal by liquid carbon dioxide phase change fracturing[J]. *Engineering Geology*, 2021, 287(3): DOI: 10.1016/j.enggeo.2021.106106.
- [15] 文虎, 刘名阳, 樊世星, 等. 液态 CO<sub>2</sub> 溶浸煤体孔裂隙演化特征的实验研究[J]. *西安科技大学学报*, 2020, 40(6): 935-944.  
WEN Hu, LIU Mingyang, FAN Shixing, et al. Experimental study on variations of pore-fissure in coal-rock leached by liquid CO<sub>2</sub>[J]. *Journal of Xi'an University of Science and Technology*, 2020, 40(6): 935-944.
- [16] 翟成, 马征. 煤体层理方向对液态 CO<sub>2</sub> 致裂效果的影响规律[J]. *湖南科技大学学报: 自然科学版*, 2020, 35(2): 1-9.  
ZHAI Cheng, MA Zheng. Influence of bedding planes in coal mass on fracturing effect when cyclically injecting liquid CO<sub>2</sub>[J]. *Journal of Hunan University of Science and Technology: Natural Science Edition*, 2020, 35(2): 1-9.
- [17] 徐吉钊, 翟成, 桑树勋, 等. 基于低场核磁共振技术的液态 CO<sub>2</sub> 循环致裂煤体孔隙特征演化规律[J]. *煤炭学报*, 2021, 46(11): 3 578-3 589.  
XU Jizhao, ZHAI Cheng, SANG Shuxun, et al. Pore evolution of coals affected by cyclical liquid CO<sub>2</sub> fracturing based on the low-field nuclear magnetic resonances[J]. *Journal of China Coal Society*, 2021, 46(11): 3 578-3 589.
- [18] 赵丹, 刘晓青. 液态 CO<sub>2</sub> 煤层增透技术及应用研究[J]. *煤炭科学技术*, 2021, 49(10): 107-114.  
ZHAO Dan, LIU Xiaoqing. Research and application of anti-reflection technology of liquid CO<sub>2</sub> coal seam[J]. *Coal Science and Technology*, 2021, 49(10): 107-114.
- [19] 徐阳, 黄辉, 楚亚培, 等. 冻融作用下煤体孔隙结构损伤演化规律研究[J]. *煤矿安全*, 2021, 52(10): 38-44.  
XU Yang, HUANG Hui, CHU Yapei, et al. Research on evolution law of coal pore structure damage under the action of

- freeze-thaw[J]. Safety in Coal Mines, 2021,52(10):38-44.
- [20] 张春会,张海霞,于永江,等.饱水度和再溶浸对液氮冷冻煤致裂的影响[J].煤炭学报,2016,41(增2):400-406.  
ZHANG Chunhui, ZHANG Haixia, YU Yongjiang, et al. Effects of saturation and re-submersion on coal fracturing subjected to liquid nitrogen shock[J]. Journal of China Coal Society, 2016,41(S2):400-406.
- [21] 翟成,孙勇,范宜仁,等.低场核磁共振技术在煤孔隙结构精准表征中的应用与展望[J].煤炭学报,2022,47(2):828-848.  
ZHAI Cheng, SUN Yong, FAN Yiren, et al. Application and prospect of low-field nuclear magnetic resonance technology in accurate characterization of coal pore structure[J]. Journal of China Coal Society, 2022,47(2):828-848.
- [22] 周尚文,董大忠,张介辉,等.页岩气储层孔隙度测试方法关键参数优化[J].天然气工业,2021,41(5):20-29.  
ZHOU Shangwen, DONG Dazhong, ZHANG Jiehui, et al. Optimization of key parameters for porosity measurement of shale gas reservoirs[J]. Natural Gas Industry, 2021,41(5):20-29.
- [23] 周西华,姜鹏飞,白刚,等.CO<sub>2</sub> 驱替 CH<sub>4</sub> 置换效率测试与分析[J].中国安全科学学报,2020,30(2):8-13.  
ZHOU Xihua, JIANG Pengfei, BAI Gang, et al. Test and analysis of displacement efficiency of CO<sub>2</sub> replacing CH<sub>4</sub>[J]. China Safety Science Journal, 2020,30(2):8-13.
- [24] 朱红青,胡超,周全涛,等.响应曲面法优化矿井三相泡沫防灭火材料配方研究[J].煤炭科学技术,2019,47(4):120-126.  
ZHU Hongqing, HU Chao, ZHOU Quantao, et al. Study on formula of three-phase foam fire prevention and control material optimized by response surface methodology[J]. Coal Science and Technology, 2019,47(4):120-126.
- [25] 李建涛,刘向荣,杨杰,等.响应曲面法模拟优化细菌降解光-氧化褐煤工艺条件[J].煤炭转化,2020,43(5):75-81.  
LI Jiantao, LIU Xiangrong, YANG Jie, et al. Simulation and optimization of process conditions for pseudomonas putida degrading photooxidation lignite using response surface methodology[J]. Coal Conversion, 2020,43(5):75-81.



**作者简介:** 周西华 (1968—),男,安徽濉溪人,博士,教授,博士生导师,主要从事煤矿火灾防治、瓦斯防治、高温热害防治专业的教学与科研工作。E-mail: xihua\_zhou68@163.com。