

实时高温蒸汽加热和高温蒸汽加热冷却后富有机质页岩巴西劈裂试验研究^{*}

冯利鸿, 杨栋, 康志勤, 曹京哲

(太原理工大学 原位改性采矿教育部重点实验室, 山西 太原 030024)

摘要:在富有机质页岩原位注热开采过程中,热力耦合作用下的抗拉强度直接关系到页岩矿层的强度与稳定性,对页岩的开采有着至关重要的影响。为研究高温蒸汽加热冷却后和实时高温蒸汽加热下页岩劈裂力学特性随温度变化的关系,采用自主研发的实时高温蒸汽试验系统和岩石压力机,对 500 ℃范围内富有机质页岩进行了巴西劈裂试验。研究结果表明:随着温度的升高,高温蒸汽加热冷却后抗拉强度呈先降低后增大再降低的趋势,300 ℃时达到最大值,峰值应变呈持续上升趋势;实时蒸汽加热下抗拉强度呈先降低后增大趋势,在 400 ℃时降到最低点,峰值应变呈先下降后上升再下降趋势;页岩试样劈裂破坏裂纹为复合型裂纹,主裂纹为贯穿型裂纹,次生裂纹为层理裂纹,且随着温度的升高,次生裂纹数目有所增加。研究成果对流体运移通道改造时确定压裂参数具有一定的工程意义。

关键词:富有机质页岩;高温蒸汽加热;劈裂特性;破坏裂纹

中图分类号:TD315 **文献标识码:**A

文章编号:1005-2763(2024)06-0242-06

0 引言

富有机质页岩是一种以无机矿物为骨架,内部富含有机质的可燃沉积岩,存在明显的层理结构^[1],其中有机质主要由干酪根组成。富有机质页岩内部含有的有机质经高温热解后,可生成页岩油,其品质类似于天然石油,能够用作动力燃料^[2],是非常重要的非常规油气资源^[3]。目前,我国富有机质页岩资源丰富,将其折算成页岩油资源与我国已探明的石油储量相当,有望成为石油的接替能源,其高效开采对我国能源安全具有重要的战略意义^[4]。富有机质页岩地下原位热解技术根据加热方式的不同主要分为 4 类:燃烧加热、传导加热、辐射加热和对流加热^[5]。由于高温水蒸汽的携带性和致裂性,富有机

质页岩对流加热原位热解已成为一个热点研究方向^[6]。页岩矿层在原位热解过程中要承受几百摄氏度温度的高温,如富有机质页岩在 350~450 ℃可有效热解产出油气,这需要对富有机质页岩受热前后力学性质的变化进行研究,尤其应研究蒸汽温度对页岩热采、储层改造和确定压裂参数的影响。因此,笔者采用团队自主研发的高温蒸汽发生器,分别对蒸汽加热冷却后和实时蒸汽加热下富有机质页岩抗拉特性和拉伸破坏裂纹进行研究。研究成果以期为注采井井筒破坏失稳及热储层岩体的破裂模式提供理论参考,同时对类似的非常规资源开采提供参考。

近年来,众多学者针对页岩的力学特性开展了研究,但是对于高温作用后和实时高温下页岩的力学特性研究还较少。岩石经过高温处理后的拉伸力学特性研究主要有:吴阳春等^[7]研究了室温至 600 ℃高温自然冷却后花岗岩力学特性与温度变化的关系,发现随着温度的升高,抗拉强度先变大后变小;徐浩淳等^[8]研究了 25~1000 ℃热处理后垂直和水平层理的砂岩抗拉强度,发现随着温度升高,垂直和水平层理砂岩的抗拉强度均表现为先增大后减小,在 200 ℃时达到最大值;苏海健等^[9]对常温至 800 ℃温度下温度和尺寸对红砂岩抗拉强度的影响规律进行了分析,发现红砂岩的抗拉强度随着温度的升高先逐渐增大后急剧减小,且 400 ℃时达到最大值。对于实时高温作用下岩石的拉伸力学特性研究主要有:杨少强^[10]研究了实时电加热新疆巴里坤页岩试样,得到了不同层理下抗拉强度随温度的变化规律;贺琦等^[11]研究了甘肃北山花岗岩在实时状态下不同温度的抗拉特性,发现 120 ℃时温度对花岗岩存在强化效应,60~300 ℃间,随着温度的升高,抗拉

* 收稿日期:2023-08-02

基金项目:国家重点研发计划项目(2019YFA0705501).

作者简介:冯利鸿(1997—),男,山西大同人,硕士,主要从事页岩原位开采蒸汽力学方面的研究工作,E-mail:fenglihong2021@163.com。

通信作者:杨栋(1970—),男,山西繁峙人,教授,博导,从事岩石力学和渗流方向等研究,E-mail:yangdong@tyut.edu.cn。

强度总体上呈先增加后降低趋势;曹孟涛^[12]研究了实时高温作用下各向异性砂质泥岩的抗拉特性随温度的变化关系,发现当荷载垂直和平行层理面时,抗拉强度随温度增加而持续下降。目前对于页岩在高温蒸汽环境下的研究还较少,主要有:王磊等^[13]通过水蒸汽对平行层理和垂直层理方向上的页岩试样进行了渗透率测试,发现平行层理方向页岩渗透率远大于垂直层理方向页岩渗透率;曾庆友等^[14]研究了实时蒸汽加热和蒸汽加热冷却后富有机质页岩压缩特性,发现在实时作用下,抗压强度先降低后升高,而蒸汽作用冷却后抗压强度不断降低。

上述研究对于富有机质页岩拉伸破坏研究较少,且针对实时高温蒸汽作用下和高温蒸汽加热冷却后富有机质页岩抗拉强度的研究还没有,因此,对于富有机质页岩在高温蒸汽下的研究还需进一步展开,这将会对原位注热开采富有机质页岩具有工程借鉴意义。

1 劈裂试验

1.1 试件制备

试验样品取自新疆巴里坤太姥矿业,层理结构面发育,本文选择垂直层理方向试样进行研究。其主要矿物组分如下:石英,34.4%;斜长石,7.4%;钾长石,14.9%;黄铁矿,2.25%;伊蒙混层,14.87%;伊利石,9.161%;高岭石,13.11%;绿泥石,3.909%。试验样品工业分析和含油率测试结果见表1。

表 1 试样工业分析和低温干馏测试结果

Table 1 Industrial analysis and low-temperature dry distillation test results of samples

工业分析/%				低温干馏/%			
水分	灰分	挥发分	固定碳	油	水	半焦	气体
0.74	77.88	17.46	3.92	9.59	1.24	83.98	5.19

同一批次试验所用试样取自同一块岩体,目的是保证试验具有可对比性,同时避免试样因离散性对试验造成影响,最大程度保证试验结果的精确性。通过台式岩芯切割机和砂带磨平机将页岩岩样加工成直径为50 mm、厚度为25 mm的巴西圆盘,其加工精度及尺寸均满足ISRM标准。试件表面光滑平整,同一组试验所用试件个数均为3。

1.2 试验设备

巴西劈裂试验采用自主研发的高温蒸汽伺服控制试验机,主要设备包括:蒸汽发生器、高温蒸汽加热釜、50 kN 微机控制岩石压力机、冷却系统、测温

系统。

1.3 试验步骤及方案

页岩抗拉强度测试采用巴西劈裂法,实时蒸汽作用下页岩拉伸特性试验步骤如下。

(1) 取页岩试样放置于高温蒸汽加热釜内,控制压力机给试样两端施加0.1 kN大小的预应力。

(2) 启动高温蒸汽发生器并开启测温系统。将试样分别加热至目标温度100 °C、200 °C、300 °C、400 °C、500 °C。达到目标温度后,恒温2 h以保证试样各处受热均匀。

(3) 控制压力机以0.002 mm/s的恒速率施加荷载,待试样破坏后停止试验。

高温蒸汽加热冷却后页岩巴西劈裂特性试验步骤如下。

(1) 将巴西圆盘试样置于蒸汽加热釜内,开启高温蒸汽发生器。将试样分别加热至目标温度100 °C、200 °C、300 °C、400 °C、500 °C并保温2 h。

(2) 保温结束后待其冷却至室温,将试样从加热釜中取出。

(3) 启动压力机与数据采集系统。将高温蒸汽处理后的试样与常温对照组试样依次置于弧形夹具通过压力机以0.002 mm/s的恒速率进行巴西劈裂试验。

2 试验结果分析

2.1 峰值抗拉强度特征

图1为25~500 °C条件下,页岩试样巴西劈裂时获得的实时高温蒸汽作用下和高温蒸汽加热冷却后的抗拉强度平均值随温度变化关系。

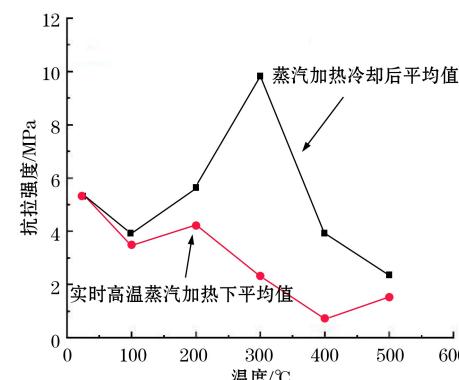


图 1 页岩试样抗拉强度规律

Fig.1 Tensile strength law of shale samples

从图1可以看出,实时高温蒸汽作用下页岩抗拉强度随温度升高整体上呈先下降后升高趋势,由

25 °C 时的 5.324 MPa 降低到 400 °C 时的 0.724 MPa, 降低了 86.40%; 再到 500 °C 的 1.527 MPa, 相较于 25 °C 降低了 71.32%。高温蒸汽加热冷却后页岩抗拉强度随温度升高整体上表现为先下降后上升再下降, 由 25 °C 时的 5.324 MPa 上升到 300 °C 时的 9.791 MPa, 上升了 83.90%; 再到 500 °C 的 2.349 MPa 相较于 25 °C 降低了 55.88%。25~200 °C 和 400~500 °C 这两温度段抗拉强度变化较为平缓, 而 200~400 °C 范围内, 抗拉强度变化差异较大, 故在工程中需要重点关注此温度段对页岩矿层稳定性的影响。

实时高温蒸汽作用下, 页岩抗拉强度随温度变化可以分为 4 个阶段: 第一阶段 25~100 °C, 页岩含水率增加, 导致矿物颗粒及不同层理面间的黏聚力下降, 故抗拉强度快速下降; 第二阶段 100~200 °C, 抗拉强度有所回升, 其原因在于水分的流失能够降低页岩内部孔隙压力, 加上矿物彼此挤压, 导致页岩抗拉强度不降反升; 第三阶段 200~400 °C, 随着温度升高, 页岩基质热应力增大, 微裂纹受热不断扩展, 导致抗拉强度再次快速下降; 第四阶段 400~500 °C, 抗拉强度再次上升, 这是因为在该温度段页岩黏土矿物高岭石失去结晶水变为偏高岭石^[15], 提高了页岩内部基质的强度, 并且 400 °C 是富有机质页岩产油率和产气率的突变转折点^[16]。此外, 张玉良等^[17]研究了高温条件下焙烧黏土的力学特性, 同样发现在 400 °C 后强度有所提高。故可以认为黏土矿物的转变是页岩强度升高的原因之一。

高温蒸汽加热冷却后, 页岩抗拉强度随温度变化可以分为 3 个阶段: 第一阶段 25~100 °C, 试样抗拉强度表现为下降趋势, 原因同实时高温蒸汽作用一致; 第二阶段 100~300 °C, 试样经过高温处理后, 内部强结合水蒸发, 水分的失去使矿物颗粒间润滑作用下降, 黏结力增强, 页岩内部矿物颗粒因热膨胀产生的热应力小于颗粒间胶结力, 在应力加载下页岩内部产生的微裂隙被压密压实, 从而导致抗拉强度不降反升, 这个阶段水的蒸发对页岩的强度起主要作用, 而热对页岩的损伤起次要作用; 第三阶段 300~500 °C, 随温度的升高, 页岩抗拉强度急剧劣化, 此温度段试样内部水分几乎耗尽, 页岩矿物颗粒间的热应力大于颗粒间的胶结力, 热对页岩抗拉强度起主要作用。通过对比两种条件下页岩试样的抗拉强度, 在整体上看, 实时高温蒸汽作用下的试样抗拉强度低于蒸汽加热冷却后试样的抗拉强度。

2.2 峰值应变特性分析

高温蒸汽加热冷却后和实时高温蒸汽加热下富有机质页岩峰值应变的平均值随温度变化的关系如图 2 所示。

由图 2 可以看出, 蒸汽加热冷却后页岩峰值应变变化趋势随着蒸汽温度增加不断上升, 由 25 °C 时的 0.0166 上升到 500 °C 时的 0.0555, 提升了 2.34 倍。实时蒸汽加热下页岩峰值应变变化趋势随着温度的升高整体上表现为先下降后上升再下降, 由 25 °C 时的 0.0166 上升到 400 °C 时的 0.0456, 提升了 1.75 倍; 到达 500 °C 时的 0.0411 相较于 25 °C 提升了 1.48 倍, 相较于 400 °C 下降了 9.87%。蒸汽加热冷却后, 随着温度的升高, 页岩试样逐渐热解, 导致层理方向裂纹不断扩展, 从而造成峰值应变逐渐上升的趋势。实时高温蒸汽加热下, 在 400 °C 时页岩峰值应变达到最大值, 当蒸汽温度超过 400 °C 后, 峰值应变有所下降; 说明页岩峰值应变受实时温度影响较大。

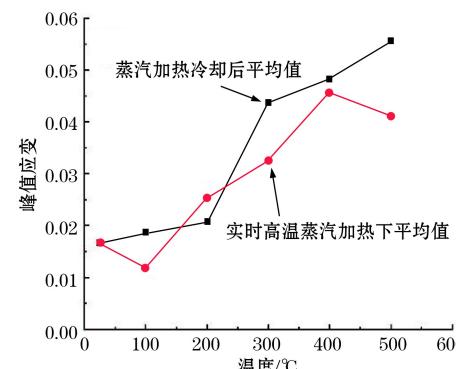


图 2 页岩峰值应变随温度变化规律

Fig.2 Variation law of peak strain of shale with temperature

2.3 圆盘破坏特征分析

目前针对层理面岩石破坏的研究, 可将岩石破坏类型主要分为三大类: 贯穿型裂纹、非贯穿型裂纹以及复合型裂纹^[18]。图 3 和图 4 分别为 25~500 °C 范围内, 蒸汽加热冷却后和实时高温蒸汽作用下页岩试样破坏后的破坏特征照片。从整体温度范围看, 试样劈裂破坏后产生的裂纹为复合型裂纹。主裂纹多呈圆弧状分布, 且偏离圆盘中心, 破坏模式为剪切拉伸混合破坏, 次裂纹多为层理裂纹。由于层理面的存在, 在破坏过程中会形成多个破裂面, 圆盘碎成多块, 破坏形式较为复杂。随着温度的不断升高, 可以看出次生层理裂纹数目有所增加, 这是因为随着温度的升高, 热破裂致使页岩内部出现大量微

裂纹,加上应力作用,裂纹不断增加。

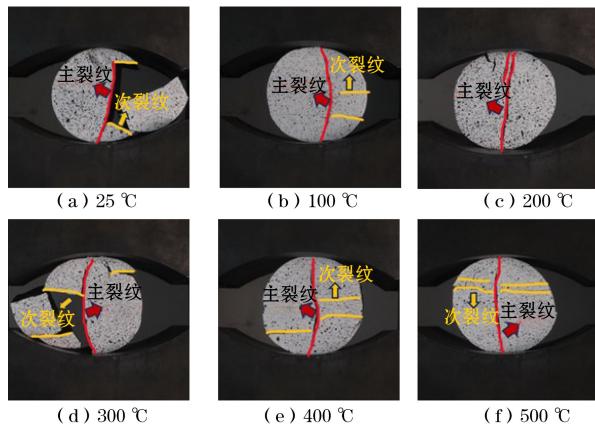


图 3 高温蒸汽加热冷却后页岩破坏形式

Fig.3 Failure modes of shale heated by high-temperature steam and then cooled

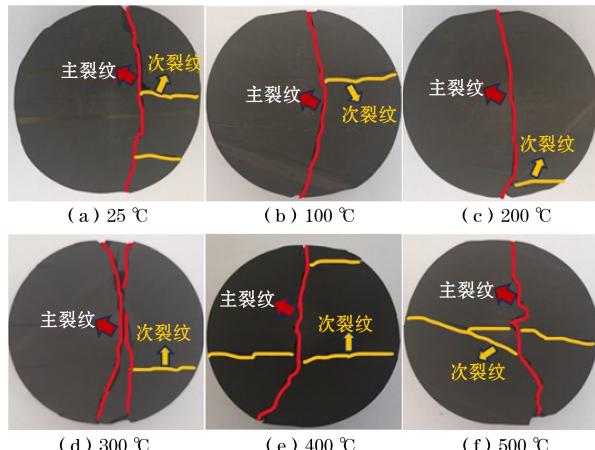


图 4 实时高温蒸汽作用下页岩破坏形式

Fig.4 Failure modes of shale under real-time high-temperature steam action

3 结论

本文主要通过实时高温蒸汽巴西劈裂试验系统对实时高温蒸汽作用下和高温蒸汽加热冷却后富有机质页岩的巴西劈裂特性进行了对比研究,得出如下主要结论。

(1) 页岩抗拉强度随着温度的增加整体上呈现两阶段特征:高温蒸汽加热冷却后,页岩抗拉强度表现为先降低后增加再降低的趋势,300 °C 达到最大值;实时蒸汽加热下,页岩抗拉强度表现为先降低后增加,400 °C 达到最小值。所以在高温蒸汽加热冷却后,300 °C 是页岩力学参数的阈值温度;在实时高温蒸汽作用下,400 °C 是页岩力学参数的阈值温度。

(2) 蒸汽加热冷却后,页岩峰值应变呈一直上升趋势;实时高温蒸汽作用下,页岩峰值应变呈先下降后上升再下降趋势。随着温度的升高,页岩发生软化,实时蒸汽加热下页岩在 400 °C 后峰值应变上升是因为黏土矿物高岭石发生相变所致。

(3) 页岩拉伸破坏的裂纹为复合型裂纹,断裂面沿垂向荷载方向形成,并伴有层理面开裂形成的分支裂缝。页岩破坏主裂纹为贯穿型裂纹,次生裂纹为层理裂纹,且随着温度的升高,次生裂纹数目有所增加。

参考文献(References):

- [1] 王鲁男,陶传奇,尹晓萌,等.单轴压缩下富有机质油页岩变形场与能量演化特征研究[J].岩土力学,2022,43(6):1557-1570.
WANG Lunan, TAO Chuanqi, YIN Xiaomeng, et al. Evolution of deformation field and energy of organic-rich oil shale under uniaxial compression [J]. Rock and Soil Mechanics, 2022, 43(6): 1557-1570.
- [2] 康志勤,李翔,杨涛,等.基于传导、对流不同加热模式的油页岩孔隙结构变化的对比研究[J].岩石力学与工程学报,2018,37(11):2565-2575.
KANG Zhiqin, LI Xiang, YANG Tao, et al. Comparisons of pore structures of oil shale upon conduction and convection heating [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2018, 37(11): 2565-2575.
- [3] 邹才能,张国生,杨智,等.非常规油气概念、特征、潜力及技术:兼论非常规油气地质学[J].石油勘探与开发,2013(4):385-399+454.
ZOU Caineng, ZHANG Guosheng, YANG Zhi, et al. Geological concepts, characteristics, resource potential and key techniques of unconventional hydrocarbon: On unconventional petroleum geology [J]. Petroleum Exploration and Development, 2013(4): 385-399+454.
- [4] 牛继辉,陈殿义.国外油页岩的地下转化开采方法[J].吉林大学学报(地球科学版),2006,36(6):1027-1030.
NIU Jihui, CHEN Dianyi. The existing state about underground mining methods of the oil shale [J]. Journal of Jilin University (Earth Science Edition), 2006, 36 (6): 1027-1030.
- [5] 孙友宏,郭威,邓孙华.油页岩地下原位转化与钻采技术现状及发展趋势[J].钻探工程,2021,48(1):57-67.
SUN Youhong, GUO Wei, DENG Sunhua. The status and development trend of insitu conversion and drilling exploitation technology for oil shale [J]. Drilling Engineering, 2021, 48(1): 57-67.
- [6] 赵阳升,梁卫国,冯子军,等.原位改性流体化采矿科学、技术与工程[J].煤炭学报,2021,46(1):25-35.
ZHAO Yangsheng, LIANG Weiguo, FENG Zijun, et al. Science, technology and engineering of in-situ modified mining by fluidization [J]. Journal of China Coal Society, 2021, 46(1): 25-35.

- [7] 吴阳春, 邵保平, 王磊, 等. 高温后花岗岩的物理力学特性试验研究[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2020, 51(1): 193-203.
WU Yangchun, XI Baoping, WANG Lei, et al. Experimental study on physico-mechanical properties of granite after high temperature[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2020, 51(1): 193-203.
- [8] 徐浩淳, 金爱兵, 赵怡晴, 等. 高温层理砂岩劈裂力学特性及裂隙演化研究[J]. 岩土力学, 2021, 42(11): 3069-3078.
XU Haochun, JIN Aibing, ZHAO Yiqing, et al. Experimental studies on split mechanical properties and fracture evolution behavior of bedding sandstone after high-temperature treatment[J]. Rock and Soil Mechanics, 2021, 42(11): 3069-3078.
- [9] 苏海健, 靖洪文, 赵洪辉, 等. 高温处理后红砂岩抗拉强度及其尺寸效应研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2015(1): 2879-2887.
SU Haijian, JING Hongwen, ZHAO Honghui, et al. study on tensile strength and size effect of red sandstone after high temperature treatment [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2015(1): 2879-2887.
- [10] 杨少强, 高温实时作用下油页岩微观结构演化及力学响应规律研究[D]. 太原: 太原理工大学, 2021: 95-126.
YANG Shaoqiang. Under the action of high temperature real-time shale microstructure evolution and mechanical response of research[D]. Taiyuan: Taiyuan university of technology, 2021: 95-126.
- [11] 贺琦, 陈世万, 杨福波, 等. 不同温度条件下北山花岗岩巴西劈裂试验裂隙扩展过程[J]. 长江科学院院报, 2023, 40(2): 115-123.
HE Qi, CHEN Shiwan, YANG Fubo, et al. Crack propagation of beishan granite under brazilian splitting test at different temperatures[J]. Journal of Changjiang River Scientific Research Institute, 2023, 40(2): 115-123.
- [12] 曹孟涛. 高温下砂质泥岩物理力学特性的各向异性演化规律及其应用[D]. 太原: 太原理工大学, 2021: 115-148.
- CAO Mengtao. Anisotropic evolution law of physical and mechanical properties of sandy mudstone under high temperatures and its application [D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2021: 115-148.
- [13] 王磊, 杨栋, 康志勤. 高温水蒸汽作用后油页岩渗透特性及各向异性演化的试验研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2021, 40(11): 2286-2295.
WANG Lei, YANG Dong, KANG Zhiqin. Experimental study on permeability characteristics and anisotropy evolution of oil shale after high-temperature water vapor treatment[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2021, 40(11): 2286-2295.
- [14] 曾庆友, 杨栋, 康志勤, 等. 实时蒸汽加热和蒸汽加热冷却后油页岩压缩特性对比分析[J]. 太原理工大学学报, 2022, 53(6): 1024-1030.
ZENG Qingyou, YANG Dong, KANG Zhiqin, et al. Comparative analysis of oil shale compression characteristics under real-time steam heating and after steam heating[J]. Journal of Taiyuan University of Technology, 2022, 53(6): 1024-1030.
- [15] 吴继光, 周汉文. 高岭土高温物相转变的微区动态实验研究[J]. 非金属矿, 2008, 31(6): 10-12+15.
WU Jiguang, ZHOU Hanwen. Dynamic experimental research on phase transformation of kaolin under high temperature within microzone[J]. Non-Metallic Mines, 2008 (6): 10-12+15.
- [16] ZHAO J, WANG L, YANG D, et al. Characteristics of oil and gas production of oil shale pyrolysis by water vapor injection[J]. Oil Shale, 2022, 39(3): 153-168.
- [17] 张玉良, 孙强, 李进学, 等. 高温焙烧后黏土孔隙与力学特征研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2015, 34(7): 1480-1488.
ZHANG Yuliang, SUN Qiang, LI Jinxue, et al. Pore and mechanical characteristics of high-temperature baked clay [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2015, 34(7): 1480-1488.
- [18] FENG G, KANG Y, WANG X C, et al. Investigation on the Failure Characteristics and Fracture Classification of Shale Under Brazilian Test Conditions[J]. Rock Mechanics and Rock Engineering, 2020(7): 3325-3340.

Brazilian Splitting Tests on Organic-Rich Shale Under Real-Time High-Temperature

Steam Heating or High-Temperature Steam Heating-Cooling

FENG Lihong, YANG Dong, KANG Zhiqin, CAO Jingzhe

(Key Laboratory of In-situ Property Improving Mining of Ministry of Education,

Taiyuan University of Technology, Taiyuan, Shanxi 030024, China)

Abstract: In the process of in-situ thermal injection mining of organic-rich shale, the tensile strength under thermal coupling is directly related to the strength and stability of shale ore layers, which has a crucial impact on shale mining. In order to study the relationship between the splitting mechanical properties of shale and temperature changes under high-temperature steam heating-cooling or under real-time high-temperature steam heating, Brazilian splitting tests were conducted on organic-rich shale within the range of 500 °C using a self-developed real-time high-temperature steam testing system and a rock press. The research results indicate that as the temperature increases, the tensile strength under high-temperature steam heating-cooling shows a trend of first decreasing, then increasing, and then decreasing. It reaches its maximum value at 300 °C, and the peak

strain shows a continuous upward trend. Under real-time high-temperature steam heating, the tensile strength shows a trend of first decreasing and then increasing, reaching its lowest point at 400 °C, and the peak strain shows a trend of first decreasing, then increasing, and then decreasing. The splitting failure cracks of shale samples are composite cracks, with the main cracks being through cracks and the secondary cracks being bedding cracks. Furthermore, the number of secondary cracks increases with the increase of temperature. The research results have certain engineering significance for determining fracturing parameters during the transformation of fluid migration channels.

Key words: Organic-rich shale, High-temperature steam heating, Splitting properties, Failure crack