



移动扫码阅读

袁军伟,常 铎.无烟煤和焦煤液氮冻融循环致裂效果对比试验[J].煤炭科学技术,2020,48(12):141-147. doi:10.13199/j.cnki.cst.2020.12.017
YUAN Junwei,CHANG Duo.Contrast test of liquid nitrogen freeze-thaw cycle cracking effect between anthracite and coking coal[J].Coal Science and Technology,2020,48(12):141-147. doi:10.13199/j.cnki.cst.2020.12.017

无烟煤和焦煤液氮冻融循环致裂效果对比试验

袁军伟^{1,2,3},常 铎^{1,2,3}

(1.河南理工大学 安全科学与工程学院,河南 焦作 454000;2.河南理工大学 瓦斯地质与瓦斯治理省部共建国家重点实验室培育基地,河南 焦作 454000;3.煤矿灾害预防与抢险救灾教育部工程研究中心,河南 焦作 454000)

摘 要:为了分析煤阶对液氮冻融循环煤体致裂效果的影响,对高煤阶无烟煤和中煤阶焦煤开展了液氮冻融循环试验,采用核磁共振设备测试饱水无烟煤和焦煤在经过 3、6、9 次液氮冻融循环后的 T_2 图谱,分析了煤阶、冻融次数对液氮冻融循环致裂效果的影响。结果表明:冻融循环作用能够促进煤样内部孔隙结构发育,增加孔隙数目,增大煤样的渗透率,饱水无烟煤在经过 3、6、9 次冻融循环后,煤样的 T_2 图谱面积平均增幅分别为 35.20%、5.97%、4.20%,饱水焦煤的 T_2 图谱面积平均增幅分别为 44.72%、9.04%、6.75%,随着冻融次数的增加,饱水无烟煤和焦煤 T_2 图谱面积增幅均有明显下降,冻融损伤作用对煤体孔隙的改造效果呈减小的趋势,在饱水状态下,冻融循环后焦煤的损伤要明显大于无烟煤。

关键词:无烟煤;焦煤;煤阶;液氮冻融;致裂

中图分类号:TD713 **文献标志码:**A **文章编号:**0253-2336(2020)12-0141-07

Contrast test of liquid nitrogen freeze-thaw cycle cracking effect between anthracite and coking coal

YUAN Junwei^{1,2,3},CHANG Duo^{1,2,3}

(1.College of Safety Science and Engineering, Henan Polytechnic University, Jiaozuo 454000, China; 2.The State Key Laboratory Cultivation Base Jointly Built by the Ministry of Gas Geology and Gas Control, Jiaozuo 454000, China; 3. Engineering Research Center of Ministry of Education for Coal Mine Disaster Prevention and Rescue, Jiaozuo 454000, China)

Abstract: In order to analyze the effects of coal ranks on the cracking effect of liquid nitrogen freeze-thaw cycle coal, a liquid nitrogen freeze-thaw cycle test was carried out on high-rank anthracite and medium-rank coking coal. The nuclear magnetic resonance technique was used to test the variation of pore of coal samples after 3, 6 and 9 times of liquid nitrogen freeze-thaw cycle. The effects of coal ranks and times of freeze-thaw on liquid nitrogen freeze-thaw cycle fracturing coal samples were investigated. The results show that the liquid nitrogen freeze-thaw cycle can promote the development of the internal pore structure of the coal sample and increase the permeability of coal samples. After 3, 6 and 9 times of liquid nitrogen freeze-thaw cycle, the average increase of T_2 area of saturated meta anthracite is 35.20%, 5.97% and 4.20%, and the average increase of the T_2 map area of saturated coking coal is 44.72%, 9.04% and 6.75% respectively. After thawing cycle, the damage of coking coal is obviously greater than that of anthracite. With the increase in the number of freeze-thaw cycles, the increase in T_2 map area of saturated anthracite and coking coal has decreased significantly, and the effect of freeze-thaw damage on the improvement of coal pores has shown a decreasing trend. In the saturated state, the damage of coking coal after freeze-thaw cycles is significantly greater than that of anthracite.

Key words: anthracite; coking coal; coal rank; freezing and thawing of liquid nitrogen; cracking

0 引 言

我国煤层普遍具有变质程度高、渗透率低等特

点。由于煤层透气性系数小,故我国煤层气资源开采率不到 30%^[1],这也是煤与瓦斯突出灾害发生的主要原因之一。在瓦斯突出事故中,石门揭煤工作

收稿日期:2020-06-25;责任编辑:王晓珍
基金项目:河南省重点研发与推广专项资助项目(202102310222);河南省高校重点科研资助项目(19B620001,20A620004)
作者简介:袁军伟(1979—),男,河南许昌人,副教授,硕士生导师,博士。E-mail:yuanjw2006@126.com

面瓦斯突出强度最大,危害也最严重,我国千吨以上的特大型突出事故中,石门揭煤工作面突出占 77%^[2],因此石门揭煤前需要采取水力冲孔、瓦斯抽采等措施进行消突,但是,对于煤体松软、瓦斯压力高的煤层,煤层增透效果差,就石门揭煤工作而言,亟需探索煤层增透新方法,以冷冻法为基础的石门揭煤新技术,可以达到安全、高效揭煤的目的,实现矿井安全生产。

低温冻融损伤致裂煤体增透就是通过改造煤体的孔裂隙结构,影响煤体的各种物理化学性能,增加煤层透气性。文献[3-6]对不同饱水度煤样进行液氮冷冻及再溶浸试验,发现低温对煤岩体内部裂隙结构改造效果明显。文献[7-8]对比了全浸泡与半浸泡情况下的裂隙发育,发现饱和煤样波速改变率和裂隙宽度扩展率最大,半饱和煤样次之,干燥煤样最小。文献[9-10]通过液氮对煤岩的冷冲击机制进行试验研究,考虑了水分不迁移和迁移 2 种模型,发现液氮的冷冲击作用对饱水煤样冷冻再溶浸增透效果明显。文献[11-12]探讨了冻融次数对岩体损伤的影响。文献[13-16]采用核磁共振和应变监测来研究煤样在液氮进行深冷处理时煤岩结构的变化,发现随着冻融循环次数的增加,煤岩的饱和质量和孔隙度增加。文献[17-18]为了研究液氮过冷对煤的破坏作用,液氮过冷会使煤表面沿宏观裂隙产生煤裂,导致煤的渗透性提高,抗压强度降低。

笔者选取高阶无烟煤、中阶焦煤制作煤样,开展液氮冻融循环试验,探究煤阶、冻融次数对液氮冻融循环致裂效果的影响。

1 试 验

1.1 煤样制备及试验装置

从河南安阳主焦煤矿取大块焦煤,河南焦作古汉山煤矿取大块无烟煤,在实验室将煤样切割成 $\phi 25\text{ mm}\times 50\text{ mm}$ 的圆柱体煤柱,煤柱上下端面平整光滑,且与轴线垂直。无烟煤、焦煤各制备 2 个煤样。试验装置分为 3 个部分:①核磁共振试验装置。采用 MseoMR23-060H-I 型低场核磁共振试验系统,本试验选用 25 mm 线圈。②真空饱水装置。主要包括真空泵和饱水装置,真空泵型号为 2XZ-4。③液氮冻融装置。包括液氮桶和漏斗。如图 1 所示。

1.2 试验过程

为了分析煤阶和冻融循环次数对液氮冻融循环致裂效果的影响,设计冻融循环试验,包括液氮冻融试验及 NMR(核磁共振)测试,具体试验方案(图 2)

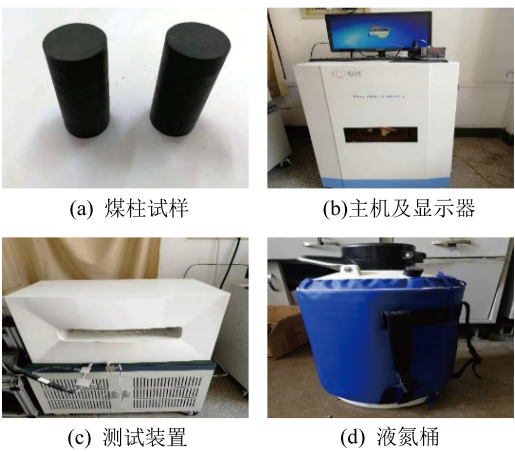


图 1 煤样和试验装置

Fig.1 Coal samples and experimental instruments

如下:

- 1) 将加工好的 $\phi 25\text{ mm}\times 50\text{ mm}$ 无烟煤和焦煤煤样各取 2 个,分别编号为 WY1、WY2、JM1、JM2,放入干燥箱中,干燥箱设置温度为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$,干燥完毕后称重。
- 2) 将干燥完毕的煤样放置于真空饱水装置中,在 -0.1 MPa 的状态下真空饱水 8 h,称重,对饱水煤样进行核磁共振测试,测得原始 T_2 图谱。
- 3) 将煤样干燥,干燥完毕后煤样在蒸馏水中自然饱水 30 min,擦干表面水珠,放置于漏斗中,并置于装满液氮($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$)的保温桶中,冷冻 30 min 取出,恢复至室温,为 1 个循环。
- 4) 重复步骤 3),每经过 3 个冻融循环,将煤样置于真空饱水装置中,真空饱水 8 h,进行核磁试验,测得经过 3、6、9 次冻融循环的煤样的 T_2 图谱。

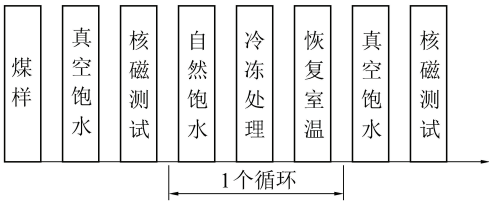


图 2 冻融循环试验流程

Fig.2 Experiment flow of freeze-thaw cycle

1.3 测试指标

笔者采用核磁共振装置测试煤样的孔隙结构,测试结果以核磁共振 T_2 图谱呈现。

核磁共振 T_2 弛豫包括表面弛豫、自由弛豫和扩散弛豫 3 种机制。孔隙流体的弛豫时间 T_2 可表示为

$$\frac{1}{T_2} = \frac{1}{T_{2a}} + \frac{1}{T_{2b}} + \frac{1}{T_{2k}} \tag{1}$$

式中: T_{2a} 为横向自由弛豫时间; T_{2b} 为横向表面弛豫时间; T_{2k} 为横向扩散弛豫时间。

由于煤体的无磁性及孔裂隙间流体的无黏性,横向自由弛豫时间通常可以忽略,磁场均匀,磁场梯

度小,横向扩散弛豫时间也可以忽略,所以,饱和水煤样的 T_2 图谱可以简化为孔隙水和煤体间的表面弛豫^[19],如下式所示

$$\frac{1}{T_2} = \rho \left(\frac{S}{V} \right) \tag{2}$$

其中: T_2 为表面弛豫时间; ρ 为横向表面弛豫强度; S/V 为孔的面积与体积的比值,小孔的 S/V 比大孔大。由式(2)可知, T_2 横向弛豫时间可反映孔径的大小,横向弛豫时间越长,对应的孔径越大。蔡益

栋等^[20]研究得出, T_2 横向弛豫时间小于 10 ms 的 T_2 图谱范围代表微小孔,10~100 ms 代表中孔,大于 100 ms 代表大孔及裂隙, T_2 图谱的幅值越高,面积越大,则孔的数目越多。

2 试验结果及分析

2.1 原始未冻融煤样 T_2 图谱

对饱水煤样 WY1、WY2、JM1、JM2 进行核磁测试, T_2 图谱如图 3 所示。

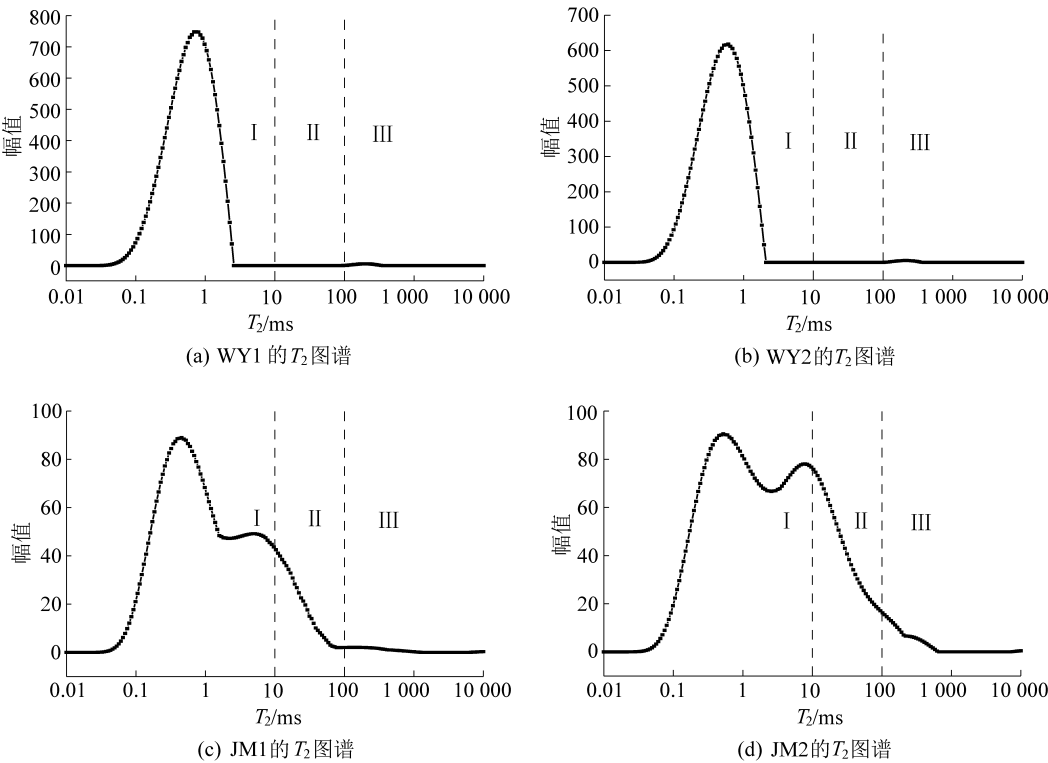


图 3 原始煤样核磁共振试验结果

Fig.3 Nuclear magnetic resonance experiment results of raw coal samples

由于横向弛豫时间 T_2 可以定量表示水的弛豫特性,本试验采用的均为饱水煤样,即煤样孔隙中充满水,故 T_2 分布可以反映煤样孔裂隙的结构。在煤样的孔隙结构中,孔径越大,孔隙中水的弛豫时间越长;孔径越小,由于孔隙水受到的束缚大,弛豫时间越短。

无烟煤、焦煤的原始煤样 T_2 图谱如图 3 所示,根据横向弛豫时间将煤样 T_2 图谱划分为 I、II、III 等 3 个部分,即 $T_2 \leq 10$ ms, 10 ms $< T_2 \leq 100$ ms, $T_2 > 100$ ms,分别代表小孔、中孔、大孔及裂隙。由图 3 可以看出,无烟煤和焦煤的 T_2 图谱差异较大,无烟煤为双峰分布,第 1 谱峰全部位于 I 区,即小孔区,第 2 谱峰位于 III 区,大孔裂隙区,第 1 谱峰的面积远大于第 2 谱峰,第 1 谱峰的幅值最大可以达到 747,说明无烟煤较小孔隙发育,较大孔隙不发育;焦煤为 3 个峰分布,最大幅值为 91, T_2 图谱面积明显小于无

烟煤,说明焦煤的孔隙发育程度较无烟煤低,焦煤 II、III 区域所占比例较大,说明焦煤内部中大孔发育程度较高。

2.2 冻融煤样 T_2 图谱变化特征

将装有煤样的漏斗放入液氮罐中,在煤样冷冲击过程中,除了液氮沸腾的声音,还能明显听到煤样遇冷裂缝延伸的噼啪声,试验结束后,将漏斗从液氮罐中取出,在漏斗的底部,发现有少量煤屑颗粒,可以推断出,在液氮的超低温作用的诱导下,煤样的表面裂缝产生局部收缩,同时孔裂隙中的水相变成冰,产生巨大冰胀力,导致部分煤屑颗粒脱落,这也是液氮冻融之后煤样质量可能减小的原因。

对液氮冻融 3、6、9 次的煤样进行核磁共振测试,测得的 T_2 图谱如图 4 所示。冻触循环前后煤样 T_2 图谱面积变化见表 1。

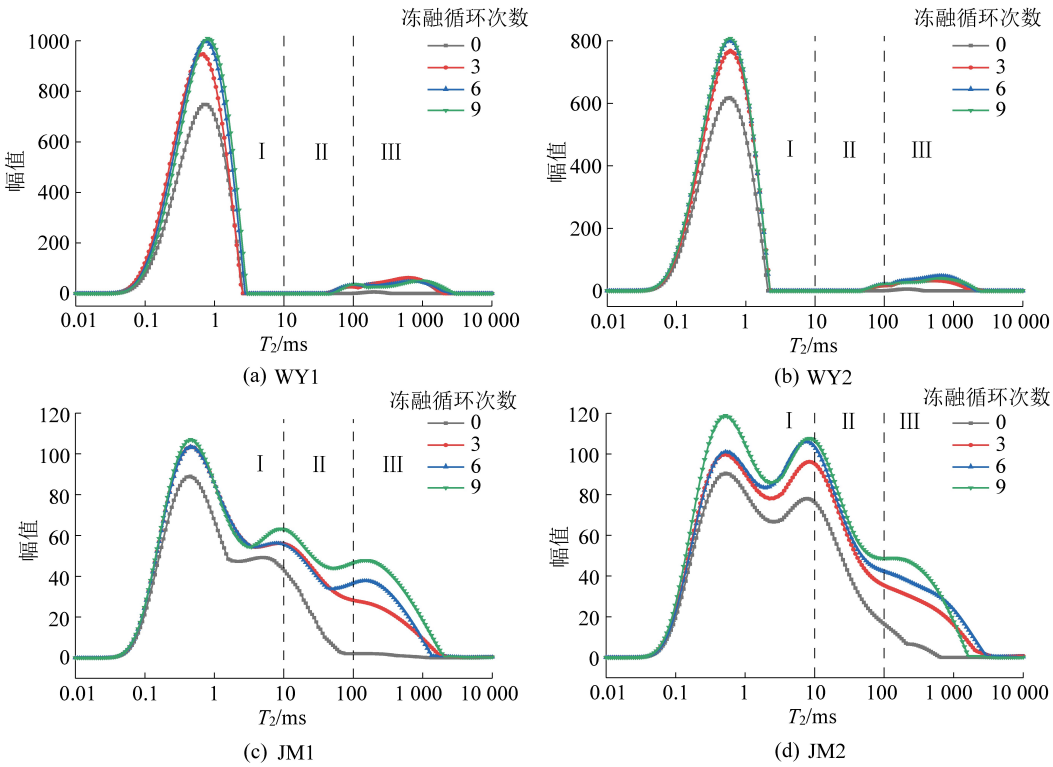


图 4 冻融循环之后煤样核磁共振试验结果

Fig.4 Nuclear magnetic resonance experiment results of coal sample after freeze-thaw cycle

随着冻融循环次数的增加,煤样的孔隙特征发生了变化。由图 4 可知,经过 3 次液氮冻融循环,无烟煤和焦煤的 T_2 图谱发生变化,主要表现为 T_2 图谱向上移动,即图谱峰值增大,最大弛豫时间增大,面积也随之增大。WY1、WY2 两个无烟煤煤柱 T_2 图谱面积分别增大 38.31%、32.09%,JM1、JM2 两个焦煤煤柱 T_2 图谱面积分别增大 44.99%和 40.45%。 T_2 图谱面积增大,说明煤样的内部孔隙得到了发展,孔隙数目增加。这主要是因为:原始煤样内部存在着大量的微孔隙、微裂缝,当煤体受到冷冲击作用时,煤样内部的煤颗粒基质热胀冷缩,由于煤体的不均匀

性和低导热性,煤体内温度并不是均匀下降的,产生热应力,使得煤体内部产生新孔隙,促使孔隙连通;另一方面,本试验采用的为饱水煤样,煤样的原始孔隙中充满水,在液氮的冷冲击作用下,水在短时间内相变成冰,体积会膨胀 1.1 倍,产生巨大的冰胀力,当热应力和冰胀力大于煤体的强度时,煤体就会发生破坏,即新裂隙的产生和原有裂隙的扩展连通。饱水无烟煤在经过 3 次液氮冻融之后, T_2 图谱面积平均增大 35.20%,饱水焦煤在经过 3 次液氮冻融循环之后, T_2 图谱面积平均增大 44.72%,说明饱水状态下,液氮冻融循环后,焦煤的冻融损伤大于无烟

表 1 冻融循环前后煤样 T_2 图谱面积变化

Table 1 Changes of T_2 map area of coal samples before and after freeze-thaw cycles

煤样	第 1 峰面积			第 2 峰面积			第 3 峰面积			总面积		
	原始	最终	变化率/%	原始	最终	变化率/%	原始	最终	变化率/%	原始	最终	变化率/%
WY1	21 396	29 681	38.72	61	454	744.43	0	1 801	—	21 457	32 526	51.58
WY2	17 561	24 176	37.67	59	205	343.18	0	1 513	—	17 621	25 895	46.95
JM1	3 804	4 345	14.22	990	2 386	117.78	2	905	45 150	4 786	8 012	67.06
JM2	3 406	4 280	25.66	2 710	4 402	62.44	3	1 419	47 200	6 119	10 102	65.09

煤,其主要原因:对于饱水煤样来说,在液氮的冷冲击过程中,水相变成冰产生的冻胀力是煤样破坏的主要原因,焦煤变质程度低,孔隙度大、含水量高、产生的冰胀力更大,因为其变质程度低,其内部颗粒的黏结性差,其强度小,在冰胀力的作用下,更易破坏,所以饱水状态下,焦煤的冻融损伤要大于无烟煤。

对经过 3 次液氮冻融循环的煤样继续进行冻融循环,测得冻融循环 6、9 次的煤样的 T_2 图谱,根据煤样的 T_2 图谱可知,6 次冻融循环之后,无烟煤和焦煤的 T_2 图谱面积依然是增大的趋势,WY1、WY2 煤样的 T_2 图谱面积分别增加 5.74%、6.20%,JM1、JM2 煤样的 T_2 图谱面积分别增加 8.51%、9.57%,9 次冻融循环之后,WY1、WY2 煤样的 T_2 图谱面积分别增加 3.65%、4.75%,JM1、JM2 煤样的 T_2 图谱面积分别增加 6.20%、7.29%,说明冻融循环作用依然能促进煤样内部孔隙结构的发展,但是随着冻融次数的增加,饱水煤样 T_2 图谱面积增大的幅度逐渐减小,6 次冻融循环后,饱水无烟煤平均增幅由 35.20%降为 5.97%,饱水焦煤由 44.72%降为 9.04%,9 次冻融循环后,无烟煤降低为 4.2%,焦煤降为 6.75%,这说明,随着冻融次数的增加,冻融循环作用对煤样的孔隙结构的改造效果逐渐减小,笔者认为,这可能是 2 个方面的原因:①在最初进行冻融循环时,煤样遇冷,其表面的一些强度较低的煤颗粒由于液氮的超低温诱导作用而脱落,在煤样表面形成较大的裂隙,所以煤样的 T_2 图谱面积增幅较大;②在 3 次冻融循环之后,煤样内部孔隙结构得到发展,新裂隙的产生及原有裂隙扩展连通,煤样的渗透率增加,对煤样重新饱水,进行冷冻,水相变成冰并不是瞬间完成的,而是存在一个过程,在水的冻结过程中,已冻结的水产生的冰胀力会驱使未冻水从孔裂隙中流出,由于煤样已经经过 3 次冻融循环,其孔隙结构已经得到发展,故冻结水产生的冰胀力驱使未冻水流出孔隙这个过程会越来越简单,即受驱使排出孔隙的水随着冻融次数的增加会越来越多,因此冻融循环作用对煤样的孔隙结构的改造效果也会逐渐减小。焦煤煤样的 T_2 图谱在Ⅱ、Ⅲ区面积有了较大幅度的提升,说明随着冻融次数的增加,焦煤的中孔、大孔及微裂隙数量不断增多。焦煤煤样的 T_2 图谱面积的增幅依然大于无烟煤,这也说明,饱水状态下,焦煤的冻融损伤要大于无烟煤。

3 损伤机制分析

从上述试验结果可以看出,高阶无烟煤和中阶

焦煤经过液氮冻融循环之后煤体内部孔隙结构变化规律不尽相同,但是,总体上来说,液氮冻融循环之后,煤体内部的孔隙结构得到了发展,孔裂隙扩展,煤样 T_2 图谱面积增大,煤样损伤更加严重,笔者结合前人研究以及本试验的结果,对液氮冻融循环煤体内部损伤发展的力学机制进行了分析。认为煤体内部的损伤主要是由于热应力和孔隙水产生的冻胀力引起的。

3.1 热应力

当液氮冷浸煤体时,会在煤体内部产生一个温度场,使煤体温度下降,诱导煤基质产生收缩应力,即热应力。将煤视为连续线性弹性体,煤体内部的裂隙视为椭圆形裂隙,根据热力学和断裂力学理论,裂隙尖端的热应力强度因子为

$$K_I = \frac{E\alpha\Delta T}{(1-\mu)} \sqrt{2\pi a} \quad (3)$$

式中: E 为煤的弹性模量; μ 为煤的泊松比; a 为裂隙长轴长度; ΔT 为温差; α 为热体积膨胀系数。

DWIVEDI^[21]测试了煤的断裂韧度 $K_{IC} = 0.241 \text{ 6 MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$,认为当煤体裂隙尖端的热应力强度因子大于煤的断裂韧度时,裂隙扩展。本文中,无烟煤和焦煤的弹性模量分别为 3.84、2.48 GPa,泊松比均取 0.28,椭圆裂隙长轴为 0.02 m,室温为 20 ℃,液氮温度取 -196 ℃,故温差为 216 ℃,无烟煤和焦煤的热体积膨胀系数分别为 3×10^{-6} 、 $1.6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 。计算可得无烟煤和焦煤的热应力强度因子为 1.224 8、0.421 9 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$,均大于煤的断裂韧度,故煤体内部孔裂隙扩展,并伴随新裂缝的产生。

3.2 冰胀力

水分以吸附状态存在于煤样的孔裂隙中,当煤样在低温状态下时,水相变成冰,体积增大,但煤体骨架会约束孔裂隙中的水相变成冰,在煤体的孔裂隙中产生冰胀压力,当冰胀压力大于煤的抗拉强度时,煤体裂隙扩展。在饱水煤样中,内部水相变成冰产生的冰胀力是液氮冻融循环煤体致裂的主要原因。理想状态下,即不考虑裂隙壁和冰的弹性变形,煤体内部水相变成冰所产生的冰胀力

$$P_i = \frac{E_i [\eta\beta - \Delta T\alpha(1-n)]}{3(1-2\nu_i)} \quad (4)$$

式中: E_i 和 ν_i 为冰的弹性模量和泊松比; n 为孔隙度; β 为水相变成冰的膨胀系数。

测试无烟煤和焦煤的孔隙度,测得 WY1、WY2 的孔隙度为 5.24%、5.02%,平均孔隙度为 5.13%,JM1、JM2 的孔隙度为 7.65%、7.82%,平均孔隙度为

7.735%。由此可以看出,由于无烟煤孔隙度大于焦煤。冰的弹性模量取0.6 GPa,泊松比为0.3,膨胀系数为9%。代入公式计算,无烟煤和焦煤的冰胀力分别为2.001、3.321 MPa,远超出煤样本身的抗拉强度,故使得煤样内部发生破坏、裂隙扩展,且焦煤的损伤程度大于无烟煤,与试验结果一致。

综上所述,与无烟煤相比,焦煤的变质程度较低,因而孔隙度大,含水量高,产生的冰胀力更大,且内部煤颗粒黏结性差,故焦煤的损伤程度大于无烟煤。

4 结 论

1)冻融循环作用,即冻融损伤能够促进煤样内部孔隙结构发育,增加孔隙数目,并伴随有新裂隙的产生及原始裂缝的连通,增加孔隙的连通性及煤样的渗透率。

2)饱水无烟煤在经过3、6、9次冻融循环后,煤样的 T_2 图谱面积增幅分别为35.20%、5.97%、4.2%,而饱水焦煤的 T_2 图谱面积增幅分别为44.72%、9.04%、6.75%,在饱和状态下,冻融循环后焦煤的损伤要明显大于无烟煤,这是因为:对于饱水煤样来说,在液氮的冷冲击过程中,水相变成冰产生的冻胀力是煤样破坏的主要原因,焦煤变质程度低、孔隙度大、含水量高,产生的冰胀力更大;其变质程度低,内部煤颗粒的黏结性差,其强度小,在冰胀力的作用下,更易破坏。

3)饱水状态下,无烟煤和焦煤在经过3、6、9次冻融循环之后,其 T_2 图谱面积增幅均有明显下降,即随着冻融次数的增加,冻融循环对煤样产生的损伤作用会越来越小,但焦煤的损伤依然大于无烟煤。

参考文献(References):

[1] 阙梦辉.基于高压电脉冲水压致裂的煤层瓦斯致裂增透效果研究[D].包头:内蒙古科技大学,2014.

[2] 俞启香.矿井瓦斯防治[M].徐州:中国矿业大学出版社,2001.

[3] 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(S2):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.

[4] 李和万,王来贵,张春会,等.液氮对含水煤样裂隙疲劳增扩作用的试验研究[J].实验力学,2016,31(1):119-126.

LI Hewan, WANG Laigui, ZHANG Chunhui, et al. Experimental study of the fatigue crack extension influence of liquid nitrogen on water cut coal sample[J]. Journal of Experimental Mechanics,

2016,31(1):119-126.

[5] 李和万,王来贵,张春会,等.冷加载循环作用下煤样强度特性研究[J].中国安全生产科学技术,2016,12(4):10-14.

LI Hewan, WANG Laigui, ZHANG Chunhui, et al. Study on characteristic of coal sample strength under cyclic cold loading[J]. Journal of Safety Science and Technology, 2016, 12(4): 10-14.

[6] 李和万,王来贵,牛富民,等.液氮对不同温度煤裂隙冻融扩展作用研究[J].中国安全科学学报,2015,25(10):121-126.

LI Hewan, WANG Laigui, NIU Fumin, et al. Study on effect of freeze-thaw cycle with liquid nitrogen on crack extension of coal at different initial temperatures[J]. China Safety Science Journal, 2015, 25(10): 121-126.

[7] WANG Lei, YAO Bowen, CHA Minsu, et al. Waterless fracturing technologies for unconventional reservoirs—opportunities for liquid nitrogen[J]. Journal of Natural Gas Science & Engineering, 2016, 35: 160-174.

[8] 王芳,张春会,郭晓康,等.液氮半溶浸煤裂隙扩展试验研究[J].煤炭工程,2017,49(3):107-110.

WANG Fang, ZHANG Chunhui, GUO Xiaokang, et al. Experimental investigation on fracture extension of coal semi-submerged by liquid nitrogen[J]. Coal Engineering, 2017, 49(3): 107-110.

[9] 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.

[10] 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(S2):3790-3794.

REN Shaoran, FAN Zhikun, 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(S2): 3790-3794.

[11] 杨更社,蒲毅彬.冻融循环条件下岩石损伤扩展研究初探[J].煤炭学报,2002,27(4):357-360.

YANG Gengshe, PU Yibin. Initial discussion on the damage propagation of rock under the frost and thaw condition[J]. Journal of China Coal Society, 2002, 27(4): 357-360.

[12] 阎锡东,刘红岩,邢闯峰,等.冻融循环条件下岩石弹性模量变化规律研究[J].岩土力学,2015,36(8):2315-2322.

YAN Xidong, LIU Hongyan, XING Chuangfeng, et al. Variability of elastic modulus in rock under freezing-thawing cycles[J]. Rock and Soil Mechanics, 2015, 36(8): 2315-2322.

[13] ZHAI Cheng, QIN Lei, LIU Shimin, et al. Pore structure in coal: pore evolution after cryogenic freezing with cyclic liquid nitrogen injection and its implication on coalbed methane extraction[J]. Energy & Fuels, 2016, 30(7): 6009-6020.

[14] QIN Lei, ZHAI Cheng, LIU Shimin, et al. Fractal dimensions of low rank coal subjected to liquid nitrogen freeze-thaw based on nuclear magnetic resonance applied for coalbed methane recovery[J]. Powder Technology, 2017, 325: 11-20.

[15] QIN Lei, ZHAI Cheng, LIU Shimin, et al. Infrared thermal image

and heat transfer characteristics of coal injected with liquid nitrogen under triaxial loading for coalbed methane recovery[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2018, 118: 1231-1242.

[16] QIN Lei, ZHAI Cheng, LIU Shimin, *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.

[17] CAI Chengzheng, LI Gensheng, HUANG Zhongwei, *et al.* Experiment of coal damage due to super-cooling with liquid nitrogen [J]. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2015, 22: 42-48.

[18] CAI Chengzheng, GAO Feng, LI Gensheng, *et al.* Evaluation of coal damage and cracking characteristics due to liquid nitrogen cooling on the basis of the energy evolution laws [J]. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2016, 29: 30-36.

[19] MATTESON A, TOMANIC J P, HERRON M M, *et al.* NMR relaxation of clay/brine mixtures [J]. SPE Reservoir Evaluation & Engineering, 2000, 3(5): 602-603.

[20] 蔡益栋, 刘大锰, 姚艳斌, 等. 温度控制下的煤层气储层物性动态演化研究 [J]. 地学前缘, 2014, 21(1): 240-248.

CAI Yidong, LIU Dameng, YAO Yanbing, *et al.* The evolution of petrophysical properties of coalbed methane reservoirs under the heat treatment [J]. Earth Science Fronti, 2014, 21(1): 240-248.

[21] DWIVEDI R D, SONI A K, GOEL R K, *et al.* Fracture toughness of rocks under sub-zero temperature conditions [J]. International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences, 2000, 37(8): 1267-1275.