

非常规天然气

页岩注入超临界CO₂渗流及增透实验

吴迪¹, 翟文博¹, 梁冰¹, 孙可明¹, 肖晓春¹, 刘雪莹², 苗丰¹

(1. 辽宁工程技术大学力学与工程学院, 辽宁阜新 123000;

2. 华侨大学福建省隧道与城市地下空间工程技术研究中心, 福建厦门 361021)

摘要:以四川省长宁县双河镇燕子村龙马溪组页岩为研究对象,采用自行研制的三轴渗流装置,开展了考虑注入压力和体积应力影响的页岩中超临界CO₂渗流及增透规律实验研究。结果表明:页岩中超临界CO₂渗透率随着孔隙压力增大呈现先减小后增大趋势,当孔隙压力较小时存在Klinkenberg效应;随体积应力的增大渗透率逐渐减小,曲线基本呈现负指数变化规律。开展不同增透条件下页岩中CH₄渗流实验,宏观量化分析超临界CO₂注入压力对于页岩增透效果的影响,可以得出随着超临界CO₂注入压力的增加,CH₄渗透率呈现上升趋势,但增长幅度先上升后下降,即超临界CO₂注入压力为9.5MPa时增透效果最为明显。通过微观分析页岩元素含量得出超临界CO₂可以萃取和溶解页岩中的O、Ca、Mg等矿物元素,有效促进页岩内部微孔隙的发育,致使页岩渗透能力增强。

关键词:页岩;超临界;CO₂渗透率;增透规律;微观分析

中图分类号:TE35 **文献标志码:**A **文章编号:**1672-1926(2019)10-1406-09

引用格式:Wu Di, Zhai Wenbo, Liang Bing, *et al.* Study on supercritical CO₂ seepage and antireflection of shale injection[J]. Natural Gas Geoscience, 2019, 30(10): 1406-1414. [吴迪, 翟文博, 梁冰, 等. 页岩注入超临界CO₂渗流及增透实验[J]. 天然气地球科学, 2019, 30(10): 1406-1414.]

0 引言

随着各国对能源消耗的不断扩大,全球天然气资源逐渐减少,而我国页岩气作为最有开发前景的资源之一,具有资源潜力大、开采寿命长和生产周期长等优点,且储量居世界第一^[1,2]。而超临界CO₂在页岩气和煤层气开采方面具有很大潜力。王中华^[3]对国内页岩气开采技术进展进行了分析,沈忠厚等^[4-6]提出了CO₂开发页岩气技术,获得页岩在CO₂作用下的力学参数和渗流变化规律,对CO₂开采页岩气尤为重要。梁卫国等^[7]进行了超临界CO₂驱替CH₄装置及实验研究,吴迪等^[8]进行了热力作用下煤层注CO₂驱替CH₄实验研究。何更生^[9]和Shukla等^[10]研究表明由于超临界CO₂的密度和黏度对压力和温度的敏感性较大,最终得出了超临界

CO₂渗透率的算法。鲜学福等^[11]采用实验室自主研发的页岩气储层超临界CO₂致裂增渗实验装置进行了超临界CO₂渗流实验。

近年来国内外学者对于超临界CO₂致裂增渗页岩提高页岩气采收率已经形成了系统的实验研究方法,但对于超临界CO₂在页岩中的渗流和增透研究较为少见,尤其是超临界CO₂增透页岩的宏观—微观量化分析鲜见报道,因此本文开展了页岩中超临界CO₂渗流及对页岩的增透实验研究,采用SEM和能谱仪微观分析页岩增透前后微孔隙和元素含量变化,为我国页岩气高效开采提供实验基础。

1 实验装置及方案

由于超临界CO₂的密度和黏度对压力和温度的

收稿日期:2019-04-02;修回日期:2019-07-05.

基金项目:国家科技重大专项(编号:2017ZX05037-001);国家自然科学基金项目(编号:51974147;51974186);辽宁省科技厅项目(编号:20170540411;LJ2019JL020)联合资助.

作者简介:吴迪(1981-),男,辽宁沈阳人,副教授,博士,主要从事孔隙介质多场耦合渗流的教学与研究. E-mail:wudi202@126.com.

通信作者:梁冰(1962-),女,辽宁盘锦人,教授,博士,主要从事渗流力学研究. E-mail:lbwqx@163.com.

敏感性较大,基于达西定律和理想气体状态方程的渗透率公式已不适用于超临界CO₂渗透率的计算^[12]。因此,在进行超临界CO₂渗透率的计算时,将其黏度视为温度和压力的函数,通过下式进行页岩中超临界CO₂渗透率的计算^[13]。

$$K = 9.81 \times 10^{11} \frac{\bar{\mu}_{T,P} Q_V L}{A(p_1 - p_2) \rho} \quad (1)$$

式中: K 为页岩渗透率, $\times 10^{-3} \mu\text{m}^2$; L 为试件长度,m; p_1 、 p_2 分别为入口压力和出口压力,Pa; A 为试件横截面积,m²; ρ 为实验条件下超临界CO₂密度,kg/m³; $\bar{\mu}_{T,P}$ 为实验条件下的超临界CO₂平均黏度,Pa·s;

Q_V 为常压条件下的体积流量,m³/s; ρ_1 为常温常压下CO₂的密度,kg/m³。

1.1 实验装置

实验采用自行研制的三轴渗流装置进行,实验装置整体由3部分组成,包括:气体控制系统、压力控制系统和实验主体装置。其中气体控制系统包括:高压气源、空气压缩机、增压泵和六通阀,最高实验压力为20MPa;压力控制系统包括:围压泵、六通阀和稳压罐,最高实验压力为60MPa;实验主体装置包括:恒温水浴箱、岩心夹持器、压力釜和流量计,压力釜用于制备不同压力条件下的超临界CO₂。整体实验装置示意图如图1所示。

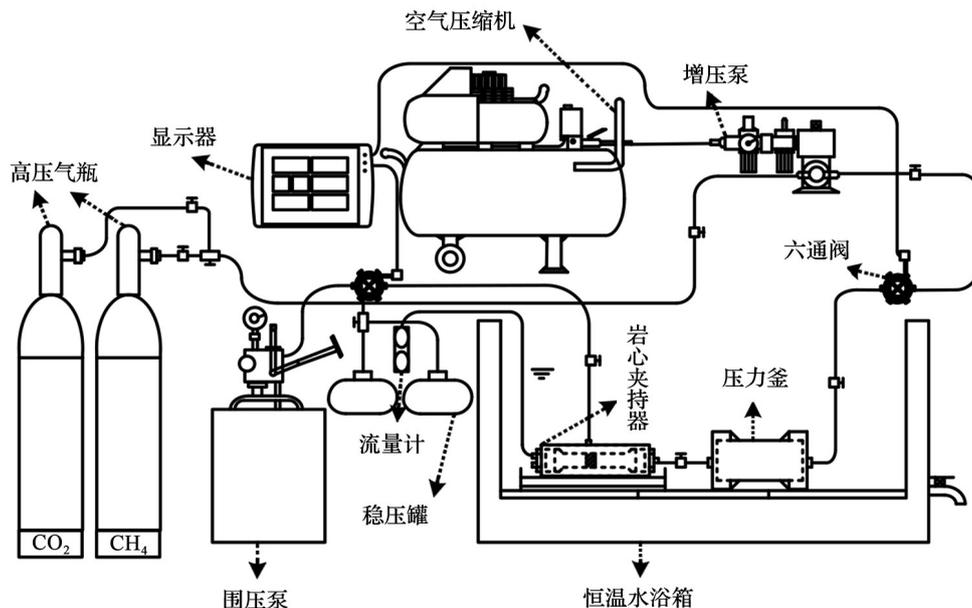


图1 整体实验装置示意

Fig.1 Schematic diagram of whole experimental device

1.2 实验试件的制备

由于页岩渗透率极低,且时间过长、温度变化、装置泄露等原因会导致实验误差变大,为了减小误差,Donald^[14]研究认为圆饼状试件能大幅降低测试时间,且不会对测试精度产生影响。因此本文采用较短的圆柱试件进行研究,利用实验室钻孔机和切割机在同一块页岩上沿同一方向制作7个尺寸相同试件,1个用作渗流实验,5个用作增透实验,1个作为未增透原始试件;打磨试件至平整光滑,用烘干箱烘干,烘干温度80℃,烘干时间24h,烘干后用保鲜膜包好备用。试件尺寸为 $\varphi 25\text{mm} \times 25\text{mm}$,如图2所示。

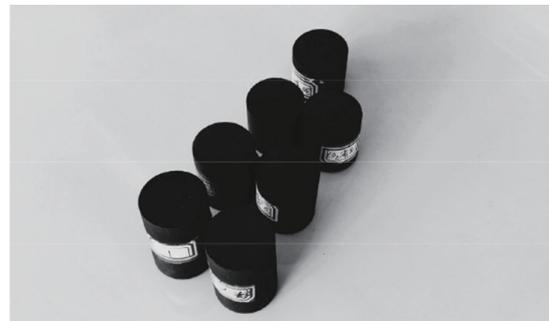


图2 试件实物图

Fig.2 The specimen

1.3 实验方法与步骤

(1)页岩中超临界CO₂渗流实验:由于超临界

CO₂的相态要求,本文渗流实验选取温度为40℃,孔隙压力为7.5~11.5MPa,孔隙压力变化梯度为1MPa。围压为8~12MPa,变化梯度为1MPa。首先将孔隙压力和围压分别升至11.5MPa和12MPa,然后先逐次降孔隙压力,每组下降1MPa直至7.5MPa,再逐次降围压,每组下降1MPa直至8MPa。每组实验调试至所需压力时稳定30min,再开始测量超临界CO₂渗流量进而计算渗透率。

(2)超临界CO₂增透页岩实验。利用超临界CO₂作用前后页岩试件中CH₄渗透率进行超临界CO₂增透效果标定,通过对比分析相同条件下页岩试件中CH₄渗透率变化,定量描述超临界CO₂对页岩的增透效果,进而揭示超临界CO₂对于页岩的增透规律,实验方案如表1所示。

表1 超临界CO₂增透实验方案

Table 1 Supercritical CO₂ pressure gauge

组别	第一组	第二组	第三组	第四组	第五组
孔隙压力/MPa	7.5	8.5	9.5	10.5	11.5
围压/MPa	8	9	10	11	12

(3)超临界CO₂增透页岩微观实验。实验(2)结束后,从宏观增透页岩上制备1~2个样品进行微观观察,选取相对平整的自然端面作为观察面,利用SEM开展微观观察实验,分析页岩孔隙结构特征,进而利用能谱仪进行矿物元素组分分析,实验仪器如图3所示。

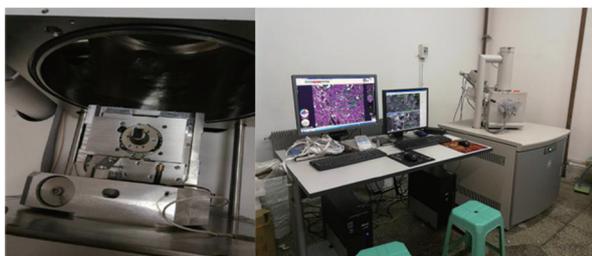


图3 实验用SEM和能谱仪

Fig.3 Physical drawing of scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectrometer

2 页岩中超临界CO₂渗流实验结果及分析

由于超临界CO₂的密度和黏度对压力和温度的敏感性较大,而实验过程中压力又在随时变化,所以需要超临界CO₂的黏度、密度进行计算,采用REFPROP进行计算,计算结果如表2所示。

由于现场所取页岩试件埋深为地下2700m左右,因此认为赋存条件近似为静水压力,体积应力按3倍围压计算。图4为40℃超临界CO₂孔隙压力为7.5MPa时,页岩中超临界CO₂渗透率随页岩体积应力变化曲线,从图中可以得出,渗透率随着体积应力的增大而减小,且曲线趋于负指数趋势,这与刘国军等^[15]对超临界CO₂致裂页岩渗透率变化规律的研究结果基本一致,可预测随着体积应力的继续增加,渗透率的减少程度逐渐变小,直至趋近于0。

表2 40℃超临界CO₂密度、黏度随压力变化数据

Table 2 Data sheet of supercritical CO₂ density and viscosity with pressure at 40℃

温度/K	压力/MPa	密度/(kg/m ³)	黏度/(μPa·s)
313.15	7.5	231.53	20.452
313.15	8.5	353.91	26.134
313.15	9.5	580.01	42.912
313.15	10.5	660.15	51.336
313.15	11.5	702.17	56.473

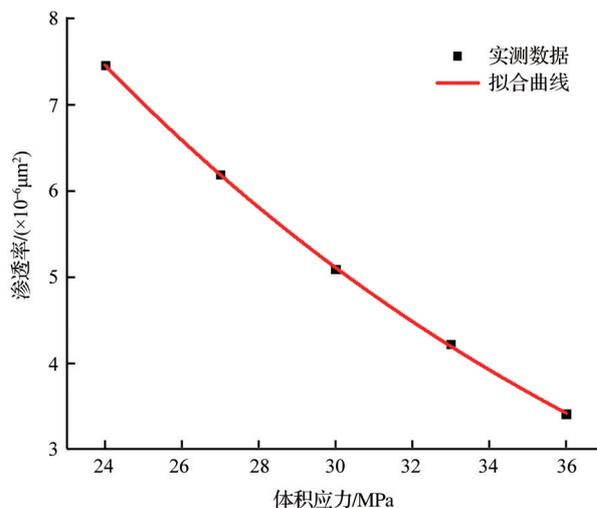


图4 超临界CO₂渗透率随体积应力变化数据

Fig.4 Supercritical CO₂ percolation experiment with variable confining pressure

图5为在40℃体积应力为36MPa时,页岩中超临界CO₂渗透率随孔隙压力变化曲线,从图中可以得出,在孔隙压力为9.5MPa时超临界CO₂渗透率存在最小值,为 $2.5 \times 10^{-6} \mu\text{m}^2$ 。这是因为超临界CO₂渗透率与Klinkenberg效应有关,气体的Klinkenberg效应使得随着气体孔隙压力的增加渗透率减小,多数学者认为滑脱效应普遍存在于低渗透岩石中。当储层渗透率大于 $0.1 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ 时,气体滑脱效应可以忽略不计。图中可看出试件的渗透率远小于

0.1×10⁻³μm²,高树生等^[16]对渗透率分别为0.008 5×10⁻³μm²和0.000 7×10⁻³μm²的页岩储层岩样进行实验研究,分析认为在孔隙压力较低(小于10MPa)的情况下,气体渗流存在较强的滑脱效应,而在孔隙压力较高的情况下气体滑脱效应不明显。所以从实验结果可知,在气体孔隙压力小于9.5MPa时随着孔隙压力降低,渗透率增加,说明在这个阶段上,Klinkenberg效应起主要作用。

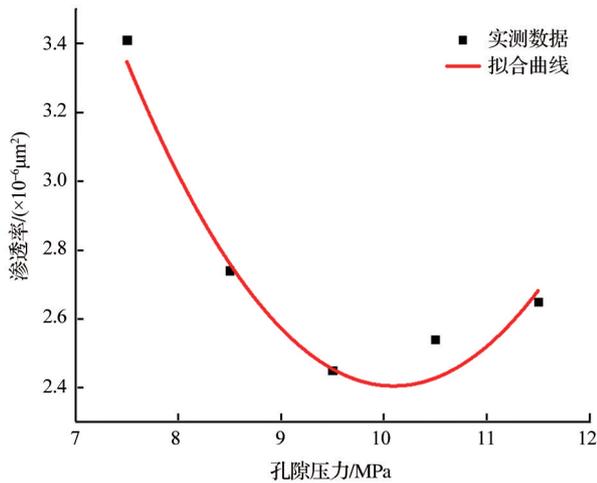


图5 超临界CO₂渗透率随孔隙压力变化数据

Fig.5 Data of supercritical CO₂ permeability changing with pore pressure

3 超临界CO₂增透规律宏观实验结果分析

图6为40℃体积应力为27MPa时超临界CO₂作用前后页岩中CH₄渗透率随孔隙压力变化曲线,从图中可以得出,页岩中CH₄渗透率随孔隙压力变化规律基本呈现指数变化趋势,随孔隙压力的增加,渗透率先下降后上升,且在上升阶段上升梯度逐渐增加。在孔隙压力为2MPa时由于页岩孔隙直径较

小,CH₄分子的直径(0.4nm)对于其流动通道来讲相对是比较大的,在较低孔隙压力条件下,分子将在压差的驱动之下,许多分子将会与孔隙壁面发生碰撞,并沿着壁面间发生滑脱运动,表现出气体在孔道壁面具有非零速度,致使渗透率增加;当逐渐升高压力后,Klinkenberg效应逐渐减弱,连续性理论占流动主导。同时,超临界CO₂作用对于页岩有明显的增透效果,从表3中可以得出,超临界CO₂对于页岩的增透效果逐渐增加,第一组增透实验CH₄渗透率平均提升了25%,第二组平均提升了90%,第三组平均提升了155%,第四组平均提升了168%,第五组平均提升了185%。超临界CO₂可以有效促进页岩内部孔裂隙的发育,随着超临界CO₂注入压力的增加,页岩内部渗透性逐渐增强,致使页岩中CH₄渗透率逐渐升高,当超临界CO₂注入压力为9.5MPa时,CH₄渗透率增加梯度最大。

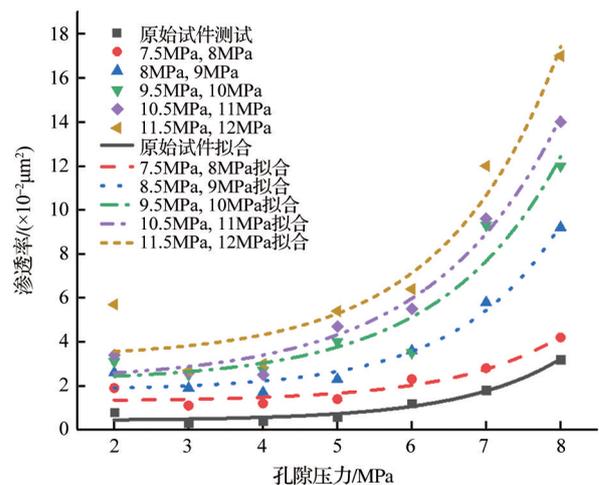


图6 超临界CO₂作用前后页岩中CH₄渗透率随孔隙压力变化曲线

Fig.6 Variation curve of CH₄ permeability with pore pressure in shale before and after supercritical CO₂ action

表3 增透后页岩渗透率随孔隙压力变化数据

Table 3 Variation data of shale permeability with pore pressure after antireflection

组别	孔隙压力/MPa	2	3	4	5	6	7	8
原始试件		0.8	0.3	0.4	0.6	1.2	1.8	3.2
第一组增透		1.8	1.1	1.2	1.4	2.2	2.7	4.2
第二组增透	CH ₄ 渗透率/(×10 ⁻² μm ²)	2.5	1.8	1.7	2.3	3.5	5.7	9.1
第三组增透		3.1	2.4	2.7	4.0	3.4	9.2	12.0
第四组增透		3.4	2.5	2.4	4.7	5.5	9.6	14.0
第五组增透		5.6	2.6	2.9	5.4	6.3	12.0	17.0

图7为40℃孔隙压力为2MPa时超临界CO₂作用前后页岩中CH₄渗透率随体积应力变化曲线,从

图中可以得出,页岩中CH₄渗透率随体积应力变化规律基本呈现负指数变化趋势,随体积应力的增

加,渗透率逐渐下降,且下降梯度逐渐减小。页岩渗透能力随体积应力的降低而逐渐恢复,但并不能恢复到之前的状态,这是渗透率滞后现象^[17]。这可能是由于试件中存在的微小通道在应力释放过程中不能完全张开,从而不能恢复到原来的形态,黏土矿物受压后产生塑性变形,造成渗透率的永久性降低,进而影响试件中的微孔隙。表明页岩试件卸载前期,岩石中原有受压闭合的微孔隙开始张开,从而导致渗透率开始上升,此时渗流通道主要由抗压强度较高的微孔隙和裂缝组成,试件整体依然趋于稳定,随着体积应力继续减小,大部分微孔隙逐渐张开,超临界CO₂作用页岩有明显的增透效果,从图7中可以得出,超临界CO₂对于页岩的增透效果逐渐增加,但增加幅度呈现先增大后减小的趋势,从表4数据可以得出,第一组增透实验CH₄渗透率平均提升了57.5%,第二组平均提升了112.5%,第三组平均提升了182.5%,第四组平均提升了185%,第五组平均提升了200%,当超临界CO₂注入压力为9.5MPa时,CH₄渗透率增加梯度最大。

4 超临界CO₂增透页岩微观实验结果分析

对原始试件与在7.5MPa、8.5MPa、9.5MPa、10.5MPa、11.5MPa超临界CO₂增透后页岩试件通过电子显微镜SEM进行观察,将页岩试件横截面取标记位置进行对比研究,其横截面孔裂隙微观结构示意图如图8所示,横截面孔裂隙在电镜下放大倍

数分别为500倍和1000倍。从图8中可以看出,放大500倍时图8(a)中可以观察到有黑色阴影还可以看出未增透的页岩试件表面相对光滑,当放大到1000倍后,可见该阴影部分只是微凸的台阶形状,表明页岩表面的孔裂隙非常小。而增透后的页岩试件表面则更加相对粗糙,同样在放大500倍时图中就可以发现大面积的阴影面积,当电镜SEM放大到1000倍后,可以看出页岩表面的阴影部分明显比原始试件增多,这是由于页岩表面产生新的孔裂隙造成的,因此表明在不同增透条件下,页岩内部的孔裂隙结构产生了明显变化。

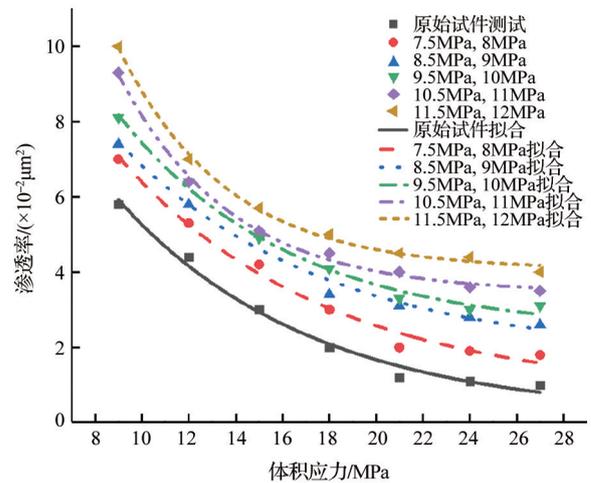


图7 超临界CO₂作用前后页岩中CH₄渗透率随体积应力变化曲线

Fig.7 Changes of CH₄ permeability with volume stress in shale before and after supercritical CO₂

表4 增透后页岩渗透率随体积应力变化数据

Table 4 Variation data of shale permeability with volume stress after antireflection

组别	体积应力/MPa	9	12	15	18	21	24	27
原始试件		5.8	4.4	3.0	2.0	1.2	1.1	1.0
第一组增透		7.1	6.2	4.1	3.0	2.0	1.9	1.8
第二组增透	渗透率/(×10 ⁻² μm ²)	7.4	5.8	5.0	3.3	3.0	2.8	2.5
第三组增透		8.0	6.3	4.8	4.0	3.3	3.0	3.1
第四组增透		9.3	6.4	5.1	4.5	4.0	3.6	3.5
第五组增透		10.0	7.0	5.7	5.0	4.5	4.4	4.0

同样从图8中还可看出,增透前的页岩表面有黏土矿物等片状现象或鳞片状定向排列现象,其中页岩内部孔裂隙有发育较为独立的孔裂隙结构,相对页岩表面孔裂隙较小,孔径大小分布在微米级;随着增透过程中超临界CO₂孔隙压力的增强,页岩的内部形貌上除了能观察到黏土矿物呈鳞片状定向排列外,其页岩内部孔径达微米级的孔隙发育的

更好,同时页岩出现更多更明显的蜂窝状孔裂隙结构,且页岩内部的孔裂隙出现多处连通趋势,所以渗透率增大。

利用ImageJ软件对SEM电镜扫描的原始图像进行处理,图9为不同增透条件1000倍电镜扫描ImageJ处理对比图像,其中红色区域为页岩表面微孔隙。

超临界CO₂作为一种非极性溶剂,具有流动性好和扩散性强,表面张力低等特性,能够快速渗透

进入微孔隙且具有良好的溶解性和传质性,可以有效萃取页岩储层内部小分子量的有机质^[12]。

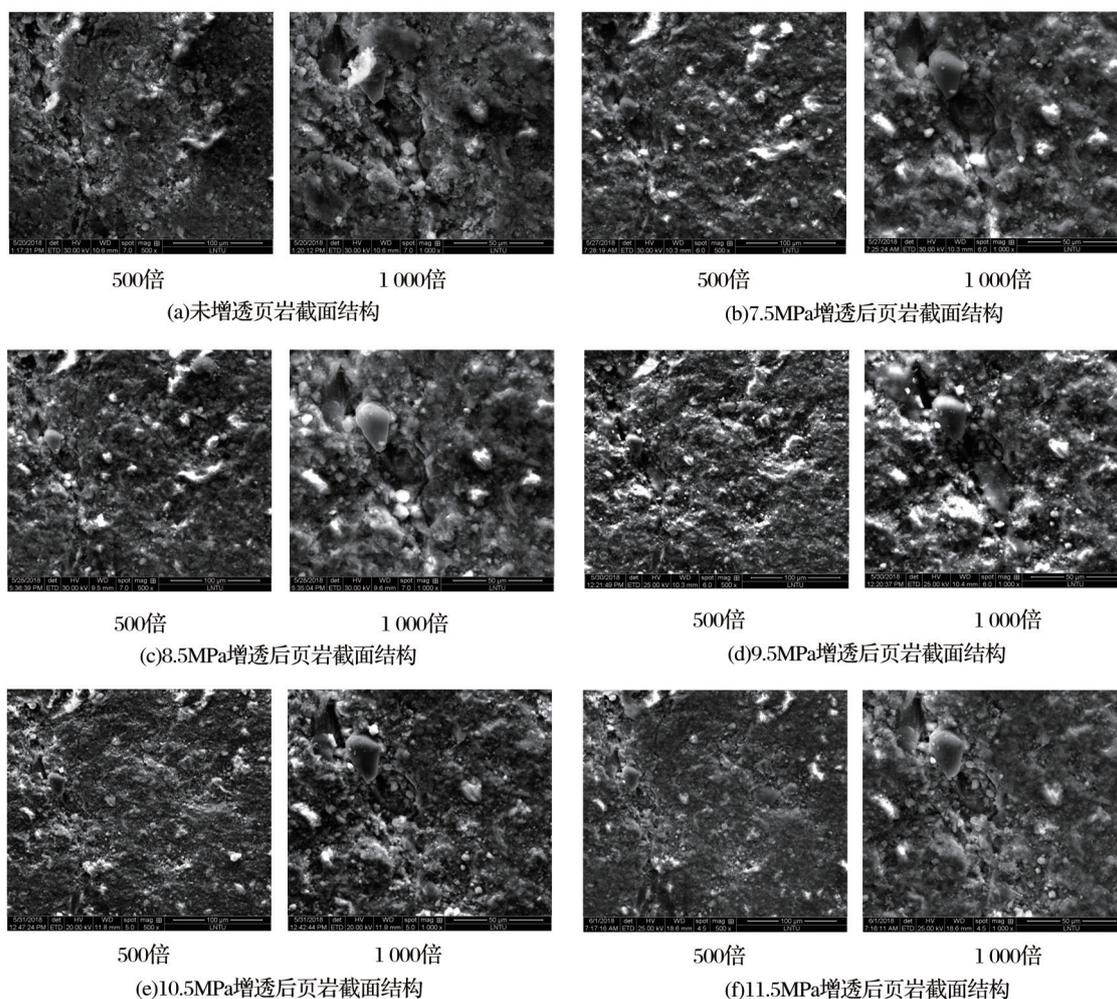


图8 超临界CO₂作用前后页岩截面微观结构示意图

Fig.8 Diagram of shale surface microstructure before and after supercritical CO₂ action

对比分析页岩表面,从图9中可以发现页岩增透前表面白色较多,经过超临界CO₂增透后样品表面红色区域大量增加,超临界CO₂萃取溶解了页岩结构中的物质,使页岩在微观结构上产生新的孔隙结构,页岩表面孔隙大小有所增加。当超临界CO₂增透压力为9.5MPa时,图9(c)中红色区域最大,表明此时新生孔隙最多,此时CH₄渗透率增长幅度最大;随着增透压力的继续增大,图9(e)、图9(f)中红色区域有所减少,这是由于页岩表面孔裂隙受到溶蚀,孔裂隙的结构连通性有所增加,出现多处原来小孔处连通为大孔隙或裂隙,红色区域减小,并且页岩表面的孔裂隙呈现网状连通趋势,致使CH₄渗透率呈现持续增加趋势。

利用能谱仪对超临界CO₂增透前后的页岩进行

元素百分比含量测试及元素组成分析,得出页岩表面白色物质主要的矿物元素为C、O、Mg、Al、Si、Ca等元素,各矿物元素百分比含量如表5所示。

表5超临界CO₂作用前后矿物质对比分析可以看出O、Ca、Mg百分比含量大量减少,C元素含量略有升高,Al、Si矿物元素基本不变,这说明超临界CO₂主要溶解了页岩表面呈白色矿物的O、Ca、Mg元素,生成了一种新物质被萃取到页岩表面呈黏状物。同样矿物元素C略有升高,由于页岩中所含有的黏土矿物有机质以干酪根为主要组成,干酪根是高分子聚合物,没有固定的结构表达式,不溶解于超临界CO₂中,因此页岩中C元素含量变化很小。这也说明C元素不溶于超临界CO₂,Al、Si元素也不溶于超临界CO₂。

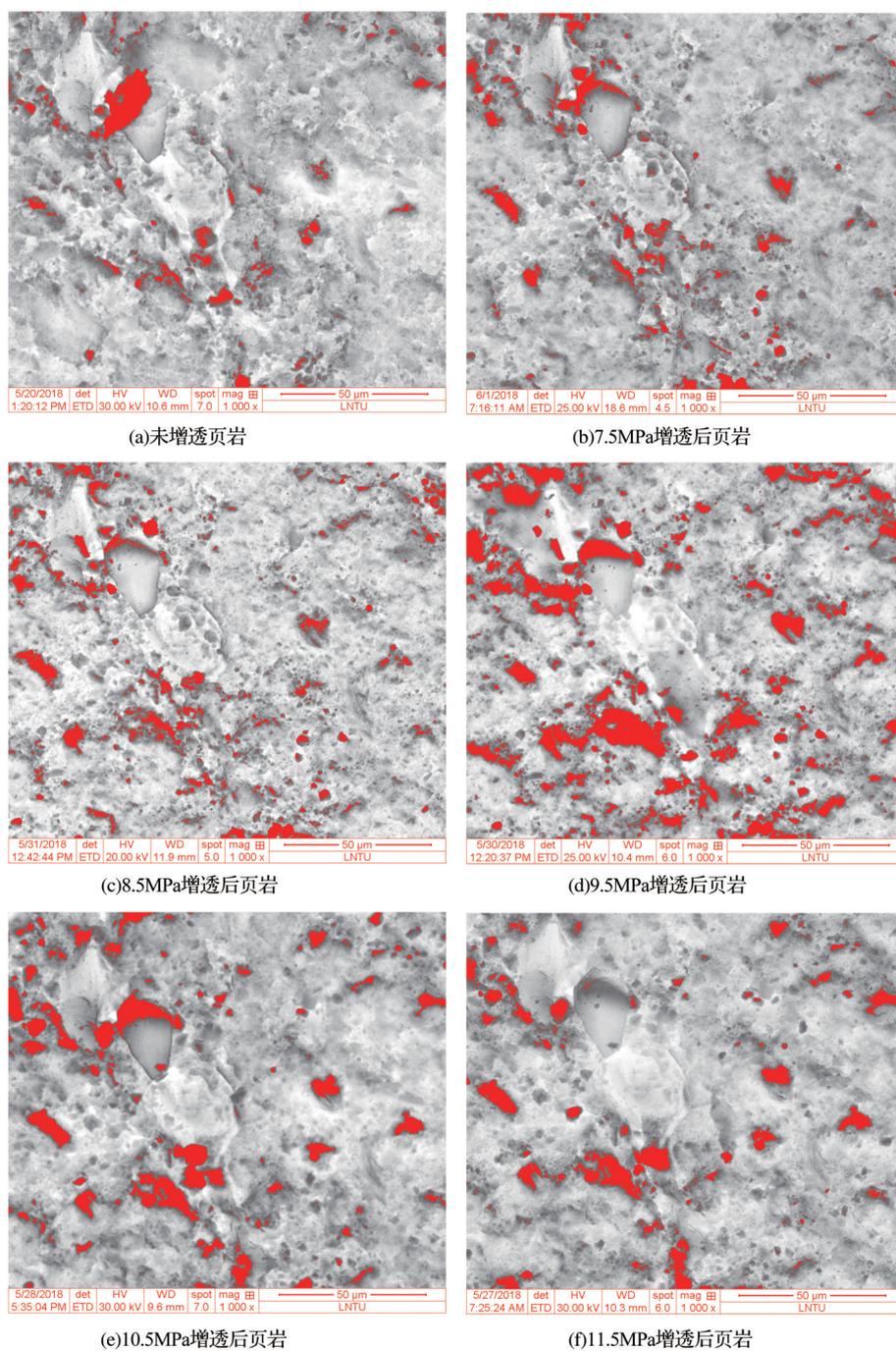


图9 不同压力作用下同一位置1 000倍ImageJ处理

Fig.9 1 000 times ImageJ processing diagram at the same position under different pressures

表5 页岩超临界CO₂处理前后的矿物组成元素对比分析Table 5 Mineral elements analysis in shale before and after supercritical CO₂ treatment

元素含量/%	样品	7.5MPa增透	8.5MPa增透	9.5MPa增透	10.5MPa增透	11.5MPa增透
CK	3	3	4	4	5	5
OK	10	9	8	6	5	4
AlK	4	4	4	5	5	5
SiK	47	46	46	47	47	47
CaK	27	26	25	22	21	20
MgK	6	5	5	2	2	1

由于超临界CO₂溶解了页岩表面矿物成分O、Ca、Mg矿物元素,原生的页岩孔隙结构表面被溶蚀增大,使页岩的孔隙表面积有所增加,孔裂隙结构有所变化,结构连通性增强,有利于页岩改善渗透的特性。结合表5数据可以得出,当超临界CO₂增透压力为9.5MPa时,页岩溶质(O、Ca、Mg矿物元素)在超临界CO₂中的溶解涨幅最大,表明此时页岩微孔结构表面积最大。

5 结论

(1)页岩中超临界CO₂的渗透率随着体积应力的增大而减小,且曲线呈现负指数变化趋势;超临界CO₂渗透率随孔隙压力变化呈先下降后上升的趋势,在孔隙压力较小时Klinkenberg效应是渗透率影响的主要因素。

(2)页岩注入超临界CO₂可以有效促进内部孔裂隙发育,通过增透前后页岩中CH₄渗透率量化对比实验可以得出,随着超临界CO₂注入压力的增大,CH₄渗透率逐渐增加,页岩增透效果明显,但CH₄渗透率增长幅度呈现先增加后减小的趋势,即在超临界CO₂注入压力为9.5MPa时增透幅度效果最为明显。

(3)根据微观SEM实验可以观察到页岩中的矿物呈鳞片状定向排列,超临界CO₂增透后页岩内部孔径达微米级的孔隙更为发育,其主要原因是由于超临界CO₂可以有效萃取和溶解页岩中的O、Ca、Mg等矿物元素,致使页岩内部微观结构上产生了新的微孔裂隙,原有微孔隙机构相互连通形成较大的孔裂隙结构,页岩渗透能力增强,且当超临界CO₂增透压力为9.5MPa时,页岩溶质(O、Ca、Mg等矿物元素)在超临界CO₂中的溶解涨幅最大,与增透实验结果数据趋于一致。

参考文献(References)

- [1] Heng Shuai, Yang Chunhe, Guo Yintong, *et al.* Influence of bedding planes on hydraulic fracture propagation in shale formations[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2015, 34(2): 228-237.
衡帅,杨春和,郭印同,等.层理对页岩水力裂缝扩展的影响研究[J].岩石力学与工程学报, 2015, 34(2): 228-237.
- [2] Li Qinghui, Chen Mian, Jin Yan, *et al.* Application of new fracturing technologies in shale gas development [J]. Special Oil & Gas Reservoirs. 2012, 19(6): 1-7.
李庆辉,陈勉,金衍,等.新型压裂技术在页岩气开发中的应用[J].特种油气藏, 2012, 19(6): 1-7.
- [3] Wang Zhonghua. The progress of the exploitation technology of shale gas in China[J]. Sino-Global Energy. 2013, 18(2): 23-32.
王中华.国内页岩气开采技术进展[J].中外能源, 2013, 18(2): 23-32.
- [4] Shen Zhonghou, Wang Haizhu, Li Gensheng. Feasibility analysis of coiled tubing drilling with supercritical carbon dioxide [J]. Petroleum Exploration and Development, 2010, 37(6): 743-747.
沈忠厚,王海柱,李根生.超临界CO₂连续油管钻井可行性分析[J].石油勘探与开发, 2010, 37(6): 743-747.
- [5] Shen Zhonghou, Wang Haizhu, Li Gensheng. Feasibility analysis on shale gas exploitation with supercritical CO₂[J]. Petroleum Drilling Techniques, 2011, 39(3): 30-35.
沈忠厚,王海柱,李根生.超临界CO₂开发页岩气技术[J].石油钻探技术, 2011, 39(3): 30-35.
- [6] Shen Zhonghou, Wang Haizhu, Li Gensheng. Numerical simulation of the cutting-carrying ability of supercritical carbon dioxide drilling at horizontal section [J]. Petroleum Exploration and Development, 2011, 38(2): 233-236.
沈忠厚,王海柱,李根生.超临界CO₂钻井水平井段携岩能力数值模拟[J].石油勘探与开发, 2011, 38(2): 233-236.
- [7] Liang Weiguo, Zhang Peining, Han Junjie, *et al.* Experimental study on coal bed methane displacement and recovery by supercritical carbon dioxide injection [J]. Journal of China Coal Society, 2014, 39(8): 1511-1520.
梁卫国,张倍宁,韩俊杰,等.超临界CO₂驱替煤层CH₄装置及试验研究[J].煤炭学报, 2014, 39(8): 1511-1520.
- [8] Wu Di, Liu Xueying, Sun Keming, *et al.* Experimental research on methane displacement in coalbed by carbon dioxide under thermo-mechanical action [J]. Journal of China Coal Society, 2016, 41(1): 162-166.
吴迪,刘雪莹,孙可明,等.热力作用下煤层注CO₂驱替CH₄试验研究[J].煤炭学报, 2016, 41(1): 162-166.
- [9] He Gengsheng. Reservoir Physics [M]. Beijing: Petroleum Industry Publishing House, 1994: 30-48.
何更生.油层物理[M].北京:石油工业出版社, 1994: 30-48.
- [10] Shukla R, Ranjith P, Haque A, *et al.* A review of studies on CO₂ sequestration and caprock integrity [J]. Fuel, 2010, 89(10): 2651-2664.
- [11] Xian Xuefu, Yin Hong, Zhou Junping, *et al.* A new experimental apparatus for fracturing shale gas reservoir to enhance permeability with supercritical carbon dioxide [J]. Journal of Southwest Petroleum University: Science & Technology Edition, 2015, 37(3): 1-8.
鲜学福,殷宏,周军平,等.页岩气藏超临界CO₂致裂增渗实验装置研制[J].西南石油大学学报:自然科学版, 2015, 37

- (3):1-8.
- [12] You Shengang, Guo Qian, Wu Shulin, *et al.* Shale reservoir space characteristics analysis of Wufeng Formation-Longmaxi Formation in southeast Chongqing[J]. *Coal Science and Technology*, 2015, 43(S):193-196.
游声刚, 郭茜, 吴述林, 等. 渝东南五峰组—龙马溪组页岩储集空间特征分析[J]. *煤炭科学技术*, 2015, 43(增刊):193-196.
- [13] Robin L M, William L E, Robert M R, *et al.* Grain assemblages and strong diagenetic overprinting in siliceous mudrocks, Barnett Shale (Mississippian), Fort Worth Basin, Texas[J]. *AAPG Bulletin*, 2012, 96(8):1553-1578.
- [14] Donald A T. Design criteria for laboratory measurements of low permeability rocks [J]. *Geophysical Research Letters*, 1981, 8(9): 973-975.
- [15] Liu Guojun, Xian Xuefu, Zhou Junping, *et al.* Dynamic permeability change of supercritical CO₂ fractured[J]. *Journal of China Coal Society*, 2017, 42(10): 2670-2678.
刘国军, 鲜学福, 周军平, 等. 超临界CO₂致裂后页岩渗透率变化规律及影响因素[J]. *煤炭学报*, 2017, 42(10): 2670-2678.
- [16] Gao Shusheng, Yu Xinghe, Liu Huaxun. Impact of slippage effect on shale gas well productivity[J]. *Natural Gas Industry*, 2011, 31(4):55-58.
高树生, 于兴河, 刘华勋. 滑脱效应对页岩气井产能影响的分析[J]. *天然气工业*, 2011, 31(4):55-58.
- [17] Li Guozhi. Experimental Study on Seepage Stress Coupling of Shale Under CO₂[D]. Chengdu: Southwest Petroleum University, 2016.
黎国志. 页岩在CO₂作用下的渗流应力耦合实验研究[D]. 成都: 西南石油大学, 2016.

Study on supercritical CO₂ seepage and antireflection of shale injection

Wu Di¹, Zhai Wen-bo¹, Liang Bing¹, Sun Ke-ming¹, Xiao Xiao-chun¹, Liu Xue-ying², Miao Feng¹

(1.School of Mechanics and Engineering, Liaoning Technical University, Fuxin 123000, China;

2.Fujian Research Center for Tunneling and Urban Underground Space Engineering, Huaqiao University,

Xiamen 361021, China)

Abstract: In this paper, taking the Longmaxi Formation shale in Yanzicun of Shuanghe Town, Changning County, Sichuan Province as the object of study, the supercritical CO₂ percolation and antitransmittance regularity tests in shale considering the influence of injection pressure and volume stress are carried out by using a triaxial percolation apparatus developed by ourselves. The experimental results show that the supercritical CO₂ permeability in shale decreases first and then increases with the increase of pore pressure. When the pore pressure is small, the Klinkenberg effect is obvious, and the permeability decreases with the increase of volume stress. The curve basically presents the law of negative exponential change. CH₄ percolation experiments were carried out in shale under different antireflection conditions, and macroscopic quantitative analysis of supercritical CO₂ was carried out. The effect of injection pressure on the antitransmittance of shale was analyzed. It can be concluded that with the increase of supercritical CO₂ injection pressure, the permeability of CH₄ increases, but the increasing range increases first and then decreases. That is, supercritical CO₂ injection pressure of 9.5MPa is the most obvious antireflection effect. According to the microanalysis of shale element content, supercritical CO₂ can extract and dissolve mineral elements such as O, Ca, Mg in shale, promote the development of micropores in shale effectively, and enhance the permeability of shale.

Key words: Shale; Supercritical; Carbon dioxide permeability; Antireflection law; Micro-analyze