

## ГЕОФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПОИСКОВ И РАЗВЕДКИ

УДК 550.362

В.А. ВЕРТОГРАДСКИЙ, Ю.А. ПОПОВ, Д.Е. МИКЛАШЕВСКИЙ

### МЕТОД И УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ И ТЕМПЕРАТУРАХ

Разработана экспериментальная установка для измерений теплопроводности образцов осадочных горных пород с возможностью одновременного варьирования Р-Т условий от нормальных до 250 МПа по давлению и до 300 °С по температуре. В основу измерений положен новый вариант метода линейного источника тепла постоянной мощности. Для оценки метрологических характеристик разработанной установки проведены измерения теплопроводности стандартных образцов промышленных и природных материалов с известными значениями теплопроводности в диапазоне 0,2—8,0 Вт/(м·К). По результатам тестирования общая относительная погрешность измерений не превышает 4%.

#### Постановка задачи

В большинстве случаев петрофизические и геотермические исследования измерения теплопроводности горных пород проводятся в лабораториях не при пластовых, а при нормальных термодинамических условиях, что обусловлено отсутствием необходимой аппаратурно-методической базы для измерений при высоких давлениях и температурах. Иногда применяются экспериментальные установки для измерений теплопроводности с учетом пластовых условий, но для известных разработок характерны весьма серьезные недостатки: в одних случаях возможен учет влияния изменения лишь одного из параметров — давления или температуры [10], в других — одновременный учет влияния обоих параметров, причем измерения проводятся лишь на небольших (непредставительных по размеру) образцах пород и без учета тепловой анизотропии [4]. К сожалению, в публикациях о данных разработках не содержится описаний метрологических характеристик или способов и результатов метрологических исследований аппаратурных разработок, что не позволяет судить о степени надежности получаемых результатов измерений. Все это свидетельствует о сложности разработки подобных измерительных средств и их способов метрологического тестирования.

В связи с этим необходимо разработать аппаратурно-методический комплекс для измерений теплопроводности образцов горных пород, насыщенных флюидами, при одновременном воздействии высоких давлений и температур, соответст-

вующих условиям залегания пород, и создание подходов к оценке качества обеспечиваемых ими измерений.

#### Выбор метода измерений

При разработке нового аппаратурно-методического комплекса для измерений теплопроводности горных пород при одновременном воздействии на образец высоких давлений и температур за основу измерений принят метод линейного источника тепла постоянной мощности [6—9]. В этом случае внутри или на поверхности исследуемого образца твердого тела располагают линейный источник тепла. От него к исследуемой среде подводят теплоту, при этом мощность источника постоянна во времени и равномерно распределена по длине источника. В процессе эксперимента регистрируют изменение во времени температуры образца в области, непосредственно контактирующей с источником. Метод линейного источника обеспечивает измерения главных значений тензора теплопроводности анизотропных сред [8]. Регистрируемое в ходе эксперимента значение некоторой кажущейся теплопроводности определяется соотношением:

$$\lambda = [\lambda_A \lambda_B \cos^2(\gamma) + \lambda_A \lambda_C \cos^2(\beta) + \lambda_B \lambda_C \cos^2(\alpha)]^{1/2}, \quad (1)$$

где  $A$ ,  $B$  и  $C$  — главные оси теплопроводности образца;  $\lambda_A$ ,  $\lambda_B$ ,  $\lambda_C$  — соответствующие компоненты теплопроводности;  $\alpha$ ,  $\beta$  и  $\gamma$  — углы между осью линейного источника и осями  $A$ ,  $B$  и  $C$ , соответственно.

Величина кажущейся теплопроводности зависит от параметров, непосредственно измеряемых в ходе эксперимента, следующим образом [9]:

$$\lambda = q(\ln \tau_2 - \tau_1) / [4\pi(T_2 - T_1)], \quad (2)$$

где  $q$  — мощность единицы длины источника;  $T_1$ ,  $T_2$  — избыточные температуры на поверхности источника, соответствующие моментам времени  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  отсчитываемым от момента включения источника.

### Обоснование выбора временных и конструктивных параметров

Формула (2) выведена из точных аналитических решений как для идеального бесконечно тонкого источника тепла, так и для реального источника в виде цилиндра конечных размеров, отделенного от исследуемой среды конечным термическим сопротивлением [5]. В обоих случаях налагается условие  $\tau > \tau^*$ . Оно существенно, поскольку общее время эксперимента должно быть ограничено моментом  $\tau^*$ , начиная с которого на результатах измерения сказываются размеры образца. Таким образом, в целях оптимизации условий эксперимента необходимо установить факторы, определяющие величины  $\tau^*$ ,  $\tau^{**}$  и обеспечить выполнение условия:

$$\tau^* > \tau^{**}. \quad (3)$$

Эта задача не могла быть решена только аналитически, поскольку реализация линейного источника не позволяет заранее и точно знать тепловое сопротивление на границе источник—образец. В результате теоретических и экспериментальных исследований установлено следующее:

1. Время  $\tau^*$  определяется числом Фурье:  $Fo^* = a\tau^*/r^2$ , где  $r$  — радиус реального линейного источника. Таким образом, для уменьшения  $\tau^*$  необходимо использовать линейный источник минимально возможного диаметра. Это соображение было учтено при конструировании линейного источника из платиновой проволоки, диаметр которой выбран равным 0,1 мм. При заданной относительной систематической погрешности измерений теплопроводности  $\eta = 0,005$ , возникающей за счет использования формулы (2) для обработки экспериментальных данных начиная с момента  $\tau^*$ , среднее значение  $Fo^*$ , определенное по результатам эксперимента, равно  $6 \cdot 10^3$ . Например, при  $a = 1 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$  имеем  $\tau^* = 15 \text{ с}$ .

2. Время  $\tau^{**}$  определяется числом Фурье:  $Fo^{**} = a\tau^{**}/h^2$ , где  $h$  — характерный размер образца: расстояние от линейного источника до ближайшей внешней поверхности образца. Отсюда следует, что общее время эксперимента прямо пропорционально квадрату характерного размера образца (исходя из этого условия выбран характерный размер образца, равный 30 мм); при выборе допустимых размеров изучаемого образца горной породы следует учитывать ориентировочное значение его температуропроводности. Так, при заданной относительной погрешности  $\eta = 0,005$ , возникающей за счет выбора момента  $\tau^{**}$  в качестве верхней границы участка температурно-вре-

менной зависимости, используемого для обработки экспериментальных данных по формуле (2), среднее экспериментальное число  $Fo^{**}$  равно 0,04, откуда следует, что при значениях  $h = 3 \cdot 10^{-2} \text{ м}$  и  $a = 1 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$  значение  $\tau^{**} = 36 \text{ с}$ .

Таким образом, при размерах линейного источника и образца, выбранных из указанных условий, выполняется необходимое неравенство  $\tau^* > \tau^{**}$ . Если, например, принять, в соответствии с [7], диаметр линейного источника равным 2 мм, то  $\tau^* = 6000 \text{ с}$ , и тогда условие (3) не будет выполнено. Подобный анализ для случая реализации метода линейного источника, описанного в [6], приводит к следующему: при  $r = 0,1 \text{ мм}$ ,  $h = 0,012 \text{ м}$ ,  $a = 1 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$  имеем  $\tau^* = 15 \text{ с}$ ,  $\tau^{**} = 6 \text{ с}$ , и условие (3) выполняется при больших значениях погрешности  $\eta$  по сравнению со значением, принятым в расчетах.

Отметим, что при реализации метода оператор имеет возможность выбрать участок обработки температурно-временной зависимости внутри интервала  $\tau^* - \tau^{**}$ , ориентируясь на постоянство производной температуры по логарифму времени.

### Реализация линейного источника, подготовка образца

Минимизация диаметра линейного источника тепла достигнута не только за счет использования в качестве нагревателя тонкой платиновой проволоки, но и за счет использования ее в качестве низкоомного термометра сопротивления. При этом использованы опыт прецизионных измерений электрического сопротивления проволок из благородных металлов и методика измерения длины отрезка проволоки через ее электрические параметры [1].

Регистрация температуры датчиком, распределенным вдоль источника, а не локальным датчиком, использовавшимся в [6, 8, 9], является важным преимуществом реализации метода при исследованиях неоднородных горных пород.

Для изготовления нагревателя применялась термометрическая платиновая проволока диаметром 0,1 мм. Такую же проволоку диаметром 0,05 мм использовали для потенциальных отводов, выделяющих рабочий участок нагревателя. Температуру термометра определяли согласно хорошо изученной эмпирической зависимости [2]:

$$T = f(R_T/R_{00}), \quad (4)$$

где  $R_T$  — сопротивление рабочего участка проволоки при текущей температуре  $T$ ;  $R_{00}$  — сопротивление того же участка при температуре  $0^\circ\text{C}$ . Отметим, что значения  $f(R_T/R_{00})$  не зависят от длины рабочего участка.

Для измерений теплопроводности изучаемый образец горной породы должен быть подготовлен в виде цилиндра или восьмигранной призмы высотой 60 мм, с диаметром цилиндра или окружности, описанной вокруг периметра основания призмы, равным 60 мм. Для закладки нагревателя образец разрезают по плоскости на две равные ча-

## Рабочая камера, системы поддержания температуры и давления

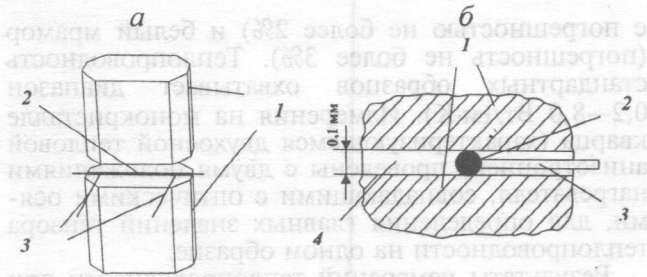


Рис. 1. Расположение линейного источника теплоты и потенциальных отводов при препарировании образца: 1 — исследуемый образец, 2 — линейный источник теплоты, 3 — потенциальный отвод, 4 — компаунд; а — общий вид; б — разрез

сти (рис. 1, а). Для слоистых образцов пород плоскость разреза располагают перпендикулярно слоистости с целью учета анизотропии и измерения главных значений тензора теплопроводности. При исследованиях образцов в водонасыщенном и нефтенасыщенном состояниях обе половины образцы насыщают непосредственно перед установкой в них нагревателя. Для измерений электрического сопротивления нагревателя и удельной (на единицу длины) мощности используется рабочий участок в центральной части нагревателя длиной (20—25) мм. К концам такого участка с использованием микросварки подсоединяют потенциальные отводы. Свободные концы нагревателя и потенциальных отводов гальванически соединяют с тонкими пластинами из нержавеющей стали, которые крепят на внешних поверхностях одной из половин образца. В зазор между частями образца вводят наполнитель и дистанционирующие проставки высотой 0,1 мм, затем части образца соединяют (рис. 1, б) и сжимают струбциной. В таком состоянии наполнитель затвердевает. Назначение наполнителя — исключение тепловых сопротивлений между нагревателем и частями образца. Затем образец заключают в герметизирующую эластичную оболочку, предотвращающую попадание рабочей жидкости (масла) внутрь образца.

Перед установкой образца в камеру измеряют параметры линейного источника:  $R_{00}$  — электрическое сопротивление его рабочего участка при температуре  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $L_0$  — длину рабочего участка нагревателя.  $R_{00}$  измеряют по четырехпроводной схеме с использованием образцовой катушки сопротивления и цифрового микровольтметра. Непосредственно измеряют  $R_0$  — сопротивление при комнатной температуре. Температуру образца измеряют термопарой с «холодным» спаем, помещенным в сосуд Дьюара с тающим льдом. Переход от  $R_0$  к  $R_{00}$  осуществляют с использованием зависимости (4). Значение  $L_0$  вычисляют по результатам измерений тока и напряжения для определения  $R_0$  с использованием коэффициента пропорциональности между электрическим сопротивлением участка проволоки постоянного диаметра и длиной этого участка. Значения  $R_{00}$  и  $L_0$  образца используют в дальнейшем при автоматическом вычислении значений теплопроводности.

Для обеспечения требуемых термодинамических параметров — гидростатического давления на образец до 250 МПа и температуры до  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  — в установке используется рабочая камера — автоклав с внутренним нагревом и водяным циркуляционным охлаждением стенок. Рабочей средой, передающей давление, является вакуумное масло ВМ-1. Общий вид камеры схематически показан на рис. 2. Камера представляет собой толстостенный цилиндр 1 с верхним затвором 2. Внутренние размеры камеры: диаметр 80 мм, высота 150 мм. Затвор 2 удерживается силовой гайкой 3. Уплотнение по давлению обеспечивают кольца из маслостойкой резины 4. Образец 5

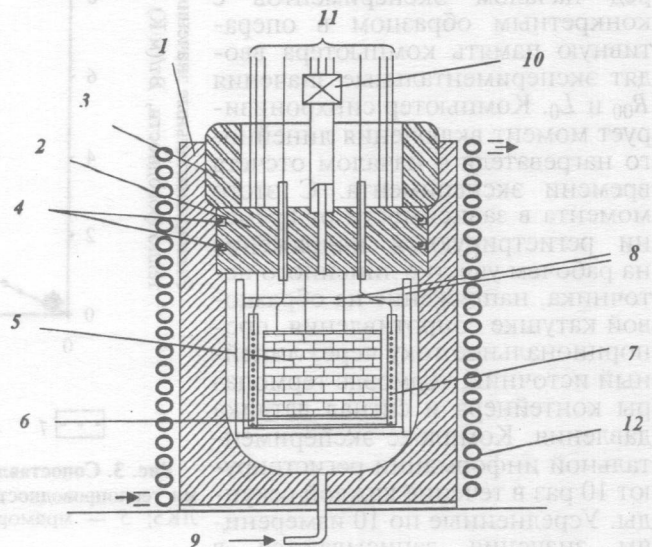


Рис. 2. Схема рабочей камеры: 1 — корпус камеры; 2 — затвор; 3 — силовая гайка; 4 — уплотнительные резиновые кольца; 5 — исследуемый образец; 6 — контейнер; 7 — нагреватель контейнера; 8 — тепловые экраны; 9 — нагревательный патрубок от компрессора; 10 — датчик давления; 11 — электровыводы; 12 — система термостатирования

размещают в металлическом контейнере 6, снабженном нагревателем 7 и термопарой. Контейнер крепят к затвору камеры 2. Горячая зона камеры, включающая контейнер, отделена от остального пространства экранами из термостойкого фторопласта 8. Патрубок 9 в нижней части камеры 1 соединяет ее с источником высокого давления. Давление поднимают и поддерживают посредством ручного и/или механического масляных компрессоров. На затворе камеры смонтирован датчик давления 10. Токовые и потенциальные отводы от образца и контейнера проходят сквозь затвор 11 через электроизоляторы. Поддержание постоянной температуры внешней стенки камеры осуществляется за счет прокачки циркуляционным термостатом воды в трубке 12, контактирующей с камерой.

Помимо непрерывной записи значений давления электрическим датчиком предусмотрен контроль давления манометром.

## Измеряемые сигналы, их регистрация и обработка

Регистрацию электрических сигналов, контроль параметров эксперимента и вычисление теплопроводности изучаемых образцов осуществляют при помощи 24-х разрядного аналого-цифрового преобразователя и персонального компьютера. Диапазон измеряемого сигнала может меняться дискретно от  $\pm 2,5$  до  $\pm 0,0195$  В. Соответственно разрешающую способность преобразователя выбирают в пределах от 0,3 мкВ до 1,2 нВ.

Программа обработки измерительной информации использует введенные в память компьютера данные: зависимость (4) и градуировочную таблицу для электрического датчика давления. Перед началом экспериментов с конкретным образцом в оперативную память компьютера вводятся экспериментальные значения  $R_{00}$  и  $L_0$ . Компьютер синхронизирует момент включения линейного нагревателя с началом отсчета времени эксперимента. С этого момента в зависимости от времени регистрируются напряжение на рабочем участке линейного источника, напряжение на образцовой катушке сопротивления, пропорциональное току через линейный источник, термоэдс термопары контейнера и сигнал датчика давления. Комплекс экспериментальной информации регистрируют 10 раз в течение каждой секунды. Усредненные по 10 измерениям значения записываются в электронную базу данных. В процессе опыта на монитор компьютера выводится зависимость температуры линейного источника от логарифма времени.

После завершения эксперимента оператор выбирает один или несколько интервалов времени для автоматического расчета значений теплопроводности. Оператор может проконтролировать значения давления в камере и температуры контейнера, постоянство мощности линейного источника, изменение в течение опыта производной его температуры по логарифму времени, изменения тока и напряжения линейного источника.

Результаты всех опытов заносятся в электронную базу данных.

### Испытания разработанной установки

Для проверки работоспособности установки и экспериментальной оценки погрешности результатов проведены измерения теплопроводности стандартных образцов, теплопроводность которых хорошо известна по результатам официальной метрологической аттестации или прецизионных измерений другими методами. Набор стандартных образцов включал полиметилметакрилат, кварцевые стекла К8 и ЛК5, природный кристалл кварца (теплопроводность этих образцов известна

с погрешностью не более 2%) и белый мрамор (погрешность не более 3%). Теплопроводность стандартных образцов охватывает диапазон 0,2—8,0 Вт/(м·К). Измерения на монокристалле кварца (характеризующемся двухосной тепловой анизотропией) проведены с двумя положениями нагревателя, совпадающими с оптическими осями, для определения главных значений тензора теплопроводности на одном образце.

Результаты измерений теплопроводности при нормальных условиях представлены на рис. 3. Различия между экспериментальными данными и известными значениями теплопроводности для всех образцов составили не более 1,7%. Таким об-

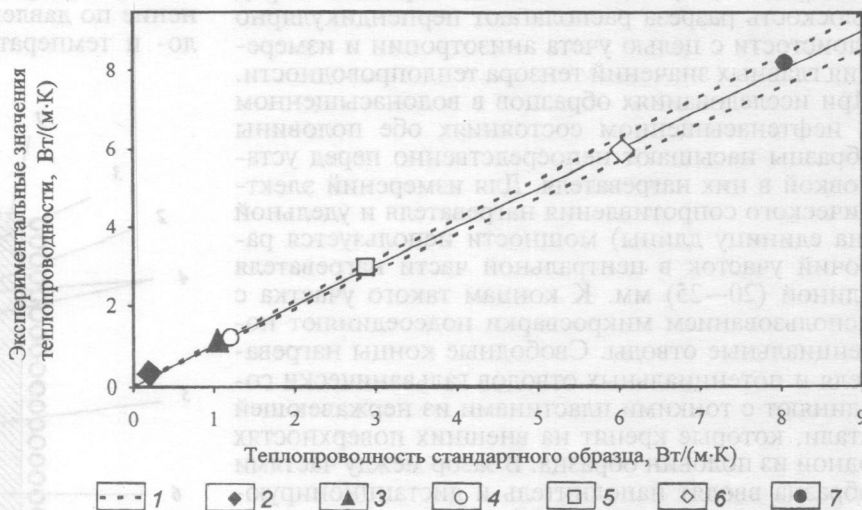


Рис. 3. Сопоставление результатов измерений при нормальных условиях со значениями теплопроводности эталонных образцов: 1 —  $\pm 0,5\%$ ; 2 — оргстекло; 3 — К8; 4 — ЛК5; 5 — мрамор; 6 — монокристалл кварца ( $\lambda_{\parallel}$ ); 7 — монокристалл кварца ( $\lambda = \sqrt{\lambda_{\parallel}\lambda_{\perp}}$ )

разом, в соответствии с экспериментальным тестированием установки можно оценить обеспечиваемую ею основную погрешность результатов измерений не более чем в 4% при доверительной вероятности 0,95 во всем обследованном диапазоне теплопроводности.

Тестирование прибора при температурах до 260°C проведено на образце кварцевого стекла К8. Результаты сопоставлены с данными, полученными при метрологической аттестации этого материала [3] (рис. 4). Среднее расхождение в диапазоне температур от 20 до 260°C составляет 2%, а максимальное — 5%. Этот результат можно трактовать как незначительное увеличение значения основной относительной погрешности при высоких значениях температуры.

На рис. 5 представлены результаты измерения теплопроводности монокристалла кварца при взаимно перпендикулярном расположении линейного источника и главной осью теплопроводности монокристалла, соответствующей наибольшему значению главного значения теплопроводности [8]. В этом случае в соответствии с формулой (1) в эксперименте регистрируется теплопроводность  $\lambda^* = \sqrt{\lambda_{\parallel}\lambda_{\perp}}$ , где  $\lambda_{\parallel}$  и  $\lambda_{\perp}$  — значения теплопроводности в направлениях соответственно параллельно и перпендикулярно главной оптической оси  $S$  кристалла. Измерения проведены

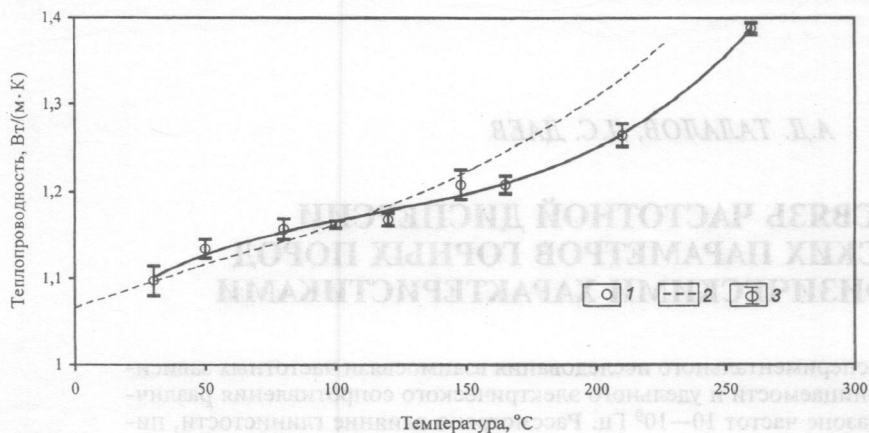


Рис. 4. Сопоставление температурной зависимости теплопроводности стекла К8 (1) с данными [3] (2); 3 — СКО экспериментальных данных

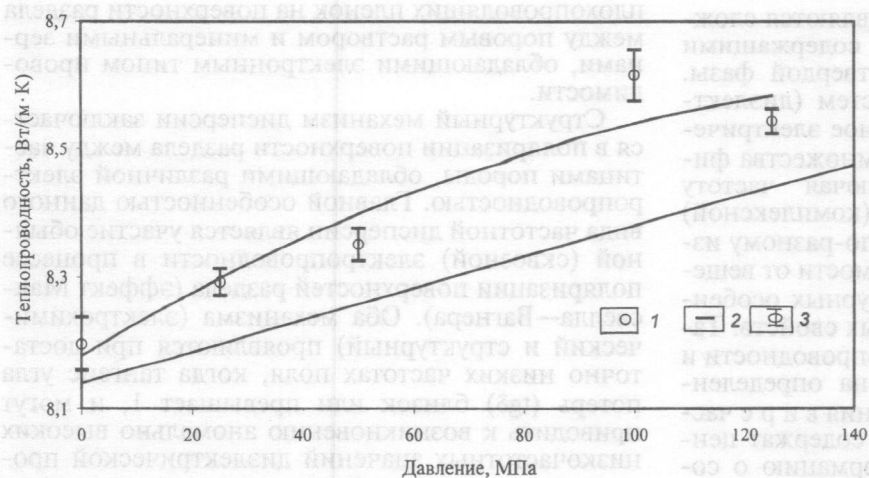


Рис. 5. Сопоставление барической зависимости теплопроводности монокристалла кварца ( $\lambda^* = \sqrt{\lambda_{\parallel}\lambda_{\perp}}$ ) (1) с данными [6] (2); 3 — СКО экспериментальных данных

в диапазоне давлений от нормального до 125 МПа. Результаты сопоставлены со значениями  $\lambda^*$ , полученными Хораи и Суаки [6] также с использованием метода линейного источника. Барические зависимости теплопроводности хорошо совпадают в обоих случаях, отличие абсолют-

ных значений, усредненное в исследованном диапазоне давлений, составляет 1,5%. Таким образом, результаты эксперимента показывают, что переход от нормальных условий к условиям высоких давлений не сопровождается увеличением погрешности измерений.

## Выводы

1. Создана и опробована установка для измерений теплопроводности образцов горных пород при одновременном задании высоких термодинамических параметров: давления до 250 МПа, температуры до 300 °C.

2. Новый вариант метода линейного источника тепла, примененный в созданной установке, свободен от ряда существенных недостатков традиционного варианта этого метода.

3. Установка позволяет исследовать образцы горных пород с учетом их анизотропии в сухом, нефте- и водонасыщенном состоянии.

4. Исследование материалов с хорошо известными значениями теплопроводности в диапазоне (0,2—8,0) Вт/(м·К) дало возможность оценить основную относительную погрешность установки в 4% при доверительной вероятности 0,95.

Работа выполнена при поддержке международной компании Schlumberger Oilfield Services, работающей в нефтегазовой промышленности, и РФФИ (гранты № 99-05-64119 и 00-05-72021). В проведении экспериментальных исследований принимали участие студенты МГГРУ С.В. Новиков и А.В. Колбенков.

## ЛИТЕРАТУРА

- Вертоградский В.А., Тимофеев Н.И., Гущин С.Г. Влияние температуры на электропроводность сплавов системы Pt—Ro // Изв. АН СССР. Металлы. 1979. № 5. С. 63—69.
- Герашенко О.А., Гордов А.Н., Лах В.М., Стадник Б.И., Ярышев Н.А. Температурные измерения. Справочник. Киев: Наук. думка, 1984. 385 с.
- Сергеев О.А., Шашков А.Г. Теплофизика оптических сред. Минск: Наука и техника, 1983. 227 с.
- Abdulagatov I.M., Emirov S.N., Tsomaeva T.A., Gaibekov Kh. A., Askerov S. Ya., Magomedova N.A. Thermal conductivity of fused quartz and quartz ceramic at high temperatures and high pressures. // J. of Physics and Chemistry of Solids. 2000. V. 61. P. 779—787.
- Carlsaw H., Jaeger J. Conduction of heat in solids. Second edition. London. Oxford: Clarendon Press, 1959. 563 p.
- Horai K., Sasaki J. The effect of pressure on the thermal conductivity of silicate rocks up to 12 kbar // Physics of the Earth and Planetary Interiors. 1989. V. 55. P. 292—305.
- Huenges E., Burhardt H., Erbas K. Thermal conductivity profile of the KTB pilot borehole // Scientific Drilling. 1990. N 1. P. 111—119.
- Popov Yu.A., Pribnow D., Sass J., Williams C., Burhardt H. Characterisation of rock thermal conductivity by high-resolution optical scanning // Geothermics. 1999. V. 28. P. 253—276.
- Pribnow D., Williams C., Sass J., Keating R. Thermal conductivity of water-saturated rocks from the KTB pilot hole at temperatures of 25 to 300°C // Geophysical Research Letters. 1996. V. 23. N 4. P. 54—71.
- Seipold U. Der Wärmetransport in kristallinen Gesteinen unter den Bedingungen der kontinental Kruste. // Geo Forschungs Zentrum Potsdam, Scientific Technical Report STR01/13. Potsdam, 2001. P. 25—64.

Московский государственный геологоразведочный университет  
Рецензент — В.И. Кононов