

岩石稳定平板热导仪*

沈显杰 陆秀文
(中国科学院地质研究所)

摘 要

制成了一种岩石稳定平板热导仪,通过与已知热参数的标准样品比较,可测定导热系数。测试中消除标本界面热阻的影响,保证精度要求,并减少岩石样品加工的时间。

岩石热导率(k)样品的选取和测定,是大地热流研究工作的重要组成部分;它既是影响热流数据代表性的主要因素,又是研究地壳结构、物性的重要手段,应予以足够的重视。

为满足我国系统开展地热研究工作的需要,我所地热实验室设计、研制了一种“稳定平板热导仪”。它采用一维稳定纵向导热原理, k 值的测定是通过与已知热参数的标准样品比较而实现的,属稳态的比较测量法。

本文提出了一种稳态比较法测试中消除界面热阻影响的新方法;在满足地热研究工作所需精度的前提下,它不但使测试工作简化,并能成倍缩减样品加工量及提高仪器的工作效率,在地热测量工作中似有广阔的应用前景。

图1中展示了本文所推荐的方法与国际上广泛应用的“分棒法”(A. E. Beck^[1])的对比。由图可见,两者的测试原理是相同的。

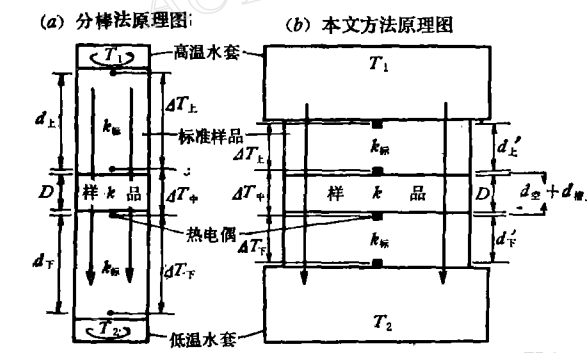


图1 本文方法与“分棒法”原理的比较
(尺寸不按比例)

这类比较测量法的主要误差来源为:径向漏热和界面接触热阻的不确定性。

“分棒法”采用高热导的棒状铜或镍圆柱作标准样品,通过侧壁热绝缘以减少径向漏热。我们选用与岩石热导率相近的熔融石英、或经标定的有机玻璃作标准,标准样品及岩石样品均为直径与厚度之比不小于6的扁圆柱(圆饼状),以尽量

缩小径向漏热的可能性。为进一步减小侧向热交换,将此“水套-标准样品-岩样”组合置入双层保温桶(样品室)中,其温度控制为高、低温水套的平均值,即 $T_0 = \frac{T_1 + T_2}{2}$ 。由此可见,“分棒法”为一维稳定枢轴型导热,本文采用的方法属一维稳定平板型导热,两者解

* 1978年3月28日收到。

决径向漏热的途径不同。这是区别之一。

另一项区别在于以不同的方法消除界面接触热阻对测试结果的影响。

“分棒法”及同类的测试仪器和方法,大凡采取下列措施来降低界面热阻:①界面尽量研平、磨光,改善接触状况;②轴向加压;③在界面上加涂料;④对不同厚度的同质样品进行成组测试,以近似地消除界面热阻的影响。

第①②两项措施我们现在仍采用之。我们曾用 6—7 种涂料对第③项措施进行试验后发现,不同的涂料都能不同程度地降低界面接触热阻,有的甚至效果很显著。但大部分岩石样品对界面涂料具有一定的吸附作用,尤其是较松散的孔隙质岩样,更为甚之。为防止因吸附作用而改变岩样的天然热性质,因此我们现已停止使用涂料,而采用成组测试消除界面接触热阻的原理(见图 2)。

试从图 1(b)推导出图 2 中的直线方程。

通过待测样品的热流为

$$q_{\#} = k \frac{\Delta T_{\#}}{D + b} \quad (1)$$

式中 k ——待测样品的热导率,单位:卡/厘米·秒·度。

D ——样品厚度,单位:厘米。

b ——以样品厚度表示的界面接触热阻,和由热偶槽的存在而引起的附加热阻之和,单位:厘米。其数值可示为:

$$b = \frac{d_{\text{空}}}{k_{\text{空}}} k + \frac{d_{\text{槽}}}{k_{\text{空}}} k \quad (2)$$

式中 $k_{\text{空}}$ ——空气热导率,单位:卡/厘米·秒·度。

$d_{\text{空}}$ ——界面之间空气膜的平均厚度,单位:厘米。

$d_{\text{槽}}$ ——将热偶槽的影响假想为一个附加空气膜的平均厚度,单位:厘米。

$\Delta T_{\#}$ ——样品两壁(考虑到 b 的影响)的总温差,单位:度。

另一方面,通过标准样品的热流为:

$$q_{\text{标}} = k_{\text{标}} \left(\frac{\frac{\Delta T_{\text{上}}}{d'_{\text{上}}} + \frac{\Delta T_{\text{下}}}{d'_{\text{下}}}}{2} \right) \quad (3)$$

式(3)中 $k_{\text{标}}$ ——标准样品的热导率,单位:卡/厘米·秒·度。

$\Delta T_{\text{上}}, \Delta T_{\text{下}}$ ——为上、下两块标准样品两壁的温差,单位:度。

$d'_{\text{上}}, d'_{\text{下}}$ ——为上、下两块标准样品的厚度,单位:厘米。为区别于标准样品的实测厚度 d ,称为“引用厚度 d' ”,数值上相当于两壁镶嵌式热电偶结点间的距离。

因为前面已假设径向漏热可忽略不计,于是得 $q_{\#} = q_{\text{标}}$,即(1)式 = (3)式

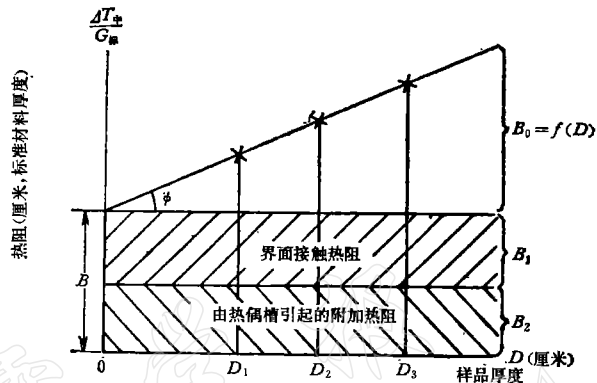


图 2 用成组测试消除界面接触热阻示意图

$$k \frac{\Delta T_{\text{中}}}{D+b} = k_{\text{标}} \left(\frac{\frac{\Delta T_{\text{上}}}{d'_{\text{上}}} + \frac{\Delta T_{\text{下}}}{d'_{\text{下}}}}{2} \right)$$

令 $d'_{\text{上}} = d'_{\text{下}} = d'$, 经整理后得

$$\frac{\Delta T_{\text{中}}}{\frac{\Delta T_{\text{上}} + \Delta T_{\text{下}}}{2d'}} = \frac{k_{\text{标}}}{k} D + \frac{k_{\text{标}}}{k} b \quad (4)$$

式(4)中令 $G_{\text{标}} = \frac{\Delta T_{\text{上}} + \Delta T_{\text{下}}}{2d'}$, 并将式(2)代入得

$$\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} = \frac{k_{\text{标}}}{k} D + \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} (d_{\text{空}} + d_{\text{槽}}) \quad (5)$$

令

$$B = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{空}} + \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}} \quad (6)$$

及

$$B_1 = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{空}} \quad (7)$$

$$B_2 = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}} \quad (8)$$

式(5)~(8)中 $G_{\text{标}}$ ——标准样品上的温度梯度, 单位: 度/厘米。

B_1 ——以标准样品厚度表示的界面接触热阻, 单位: 厘米。

B_2 ——以标准样品厚度表示的、由热偶槽的存在而引起的附加热阻, 单位: 厘米。

综合上列各式, 最终可得

$$\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} = \frac{k_{\text{标}}}{k} D + B \quad (9)$$

式(9)即为图2中 $\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} \sim D$ 座标系内的直线方程, 直线的斜率即为标准样品与待测样品热导率的比值, 从中可以求出 k 值。从图2看出, 此时界面接触热阻的影响已经排除。

如图2所示的良好直线线型只有在极少数理想的情况下, 才能通过3—4块不同厚度的样品组一次求得。式(8)表明, 对于具有固定热电偶装置的标准样品, B_2 值相当于某一个固定的结构参数, 因此有 $B_2 = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}} = \text{const}$; 然而式(7)表明, 对于不同厚度的同质岩样, B_1 往往不是常值, 欲使 B_1 值恒定, 必须令 $d_{\text{空}}$ 值恒定, 即要求待测的3—4块样品的界面特性完全相同, 这一点是极难做到的。只要有一块样品的界面特性异于其它样品, 数据点就会偏离直线。当一组样品各自具有不同的界面特性时, 直线线型的获得就更无保证, 结果将会得出凸线、凹线或斜率受到歪曲的直线。斜率不受歪曲的直线只是作为一种例外情况才出现。我们通过五块一组的0号样品测试获得的结果图线(图3)能说明此点。

正如贝克(Beck)^[1]所指出的, 这种直线相关性存在于大量测试数据的统计规律中(见图4)。

由此可见, 在不同样品间存有天然热导率差别的情况下, 要通过3—4块不同厚度样

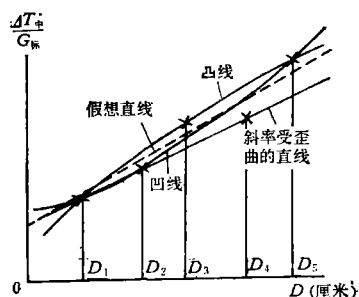


图3 0号样品成组测试结果

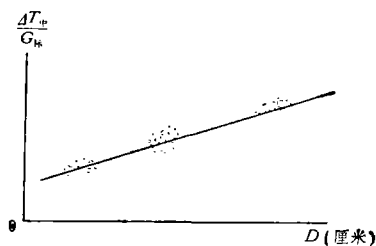


图4 热阻与样品厚度之间直线相关性的统计特性

品的测试, 而获得具有代表性的直线斜率, 不仅需要精细的磨制样品技术和丰富的经验, 而且, 其工作量是很繁重的。这样, 在实际使用过程中会受到很大限制。

我们在仪器调试的过程中, 发现了一种有效的消除界面热阻影响的新方法——垫圈法。

如图5所示, 在标准样品和待测样品的两个界面上, 垫两个压缩性很小的塑料薄膜的环形垫圈。粗看起来, 界面之间的接触热阻不是缩小了, 反而增大了。但是这种增大是受垫圈的厚度(亦即空气膜厚度)所严格控制的, 从而使界面接触热阻达到了“标准化”, 成为垫圈厚度的函数 $B_1 = F(d_{\text{垫}})$ 。

若取一块样品, 依次垫四对不同厚度的垫圈, 可得图6那样的测试结果。

仿照上列步骤, 试从图5推导出图6中的直线方程。

通过待测样品的热流为

$$q_{\text{中}} = k \frac{\Delta T_{\text{中}}}{D + b'} \quad (10)$$

式中 b' ——以样品厚度表示的空气膜热阻, 和由热偶槽引起的附加热阻之和, 单位: 厘米。

通过标准样品的热流仍由式(3)表达之。

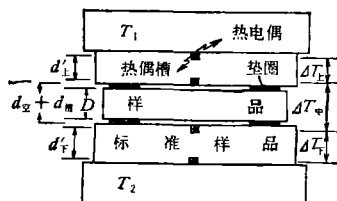


图5 垫圈法原理图

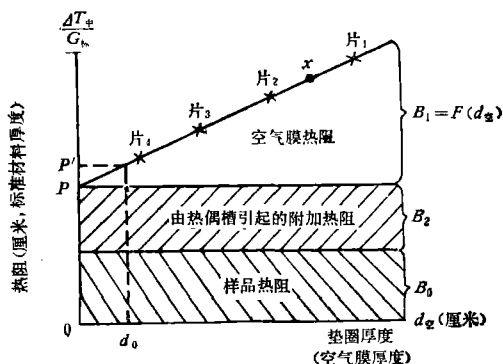


图6 垫圈法消除接触热阻示意图

令式(10) = 式(3), 经整理后得

$$\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{空}} + \frac{k_{\text{标}}}{k} D + \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}} \quad (11)$$

式(11)中, $d_{\text{空}}$ ——由垫圈厚度控制的空气膜厚度, 单位: 厘米。

$$\text{令} \quad \overline{OP} = \frac{k_{\text{标}}}{k} D + \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}} \quad (12)$$

显然, 对厚度为 D 的样品, 有

$$B_0 = \frac{k_{\text{标}}}{k} D = \text{某定值} \quad (13)$$

而对选定的标准样品, B_2 值仍相当于某固定的结构参数, 即

$$B_2 = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}} = \text{const.}$$

因此, 式(12)可写为

$$\overline{OP} = \text{某定值} + \text{const.}$$

最终可得

$$\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{空}} + \overline{OP} \quad (14)$$

式(14)即为图 6 中 $\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} \sim d_{\text{空}}$ 坐标系内的直线方程式。

以式(14)为表征的图 6 中的直线有两个显著的特征:

1. 当标准样品的材料选定后, 直线的斜率是常值。因为在恒定温度下, $k_{\text{空}}$ 是常值, 因此 $k_{\text{标}}/k_{\text{空}}$ 为常值。由此看出, 垫片试验的测试结果图线, 与待测样品的热导率无关, 均得出一组等斜率的直线。这是今后求“标准曲线”的必要前提。

2. 直线在纵轴上的交点 P 具有重要的物理含义。首先, P 点代表界面接触热阻等于零的理想状况。图 6 中的 P' 点是界面间不加垫圈, 并经过研平、轴向加压和使用涂料等项处理后获得的数据点, 大量试验表明, P' 点始终高于 P 点, $\overline{PP'}$ 的长短, 取决于标准样品和待测样品之间的界面接触状况、轴向压力的大小, 和所使用的涂料; 它对应于界面之间存在平均厚度为 d_0 的空气膜 (见图 6)。其次, P 点位置的高低, 仅取决于待测样品的热阻, 据此很易求出 k 值。

通过四片垫圈测试, 求得线型良好的直线当然是一种理想情况。但试验证明, 只要作适当数量的重复测试, 图 6 中直线的斜率, 可以相当精确地确定。于是在实际测试时, 只要在一块岩石样品上, 通过一片垫圈的多次测试, 求准某 x 点的位置, 就可以根据固定斜率 $k_{\text{标}}/k_{\text{空}}$ 求出 P 点的位置及相应的 k 值。

因此, 垫圈法是一种效率高、使用样品数量少、消除了界面热阻影响, 从而能保证一定测试精度的新方法。它只需测量一块样品, 但样品壁面需保持高度平整, 尤其不允许呈凸型或凹型, 否则, 前述推导过程的前提被破坏, 会引起很大的方法误差。对样品表面的光洁度无特殊要求, 这一点既简化了制备样品的要求, 又便于将方法应用于半胶结或孔隙质的、不易磨制光平面的岩石, 从而扩大了实验装置的使用范围。

为从式(11)中推导出能直接求出待测样品热导 k 值的计算公式, 需将式(11)等式左边项展开得

$$\frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} = \frac{\Delta T_{\text{中}}}{\frac{\Delta T_{\text{上}} + \Delta T_{\text{下}}}{2d'}} = \frac{2\Delta T_{\text{中}}}{\Delta T_{\text{上}} + \Delta T_{\text{下}}} d'$$

$$\text{令} \quad E = \frac{\Delta T_{\text{上}} + \Delta T_{\text{下}}}{2\Delta T_{\text{中}}}, \quad (15)$$

$$\text{得} \quad \frac{\Delta T_{\text{中}}}{G_{\text{标}}} = \frac{d'}{E} \quad (16)$$

$$\text{同理得} \quad \frac{\overline{OP}}{E_0} = \frac{d'}{E_0} \quad (17)$$

式(17)中, d' 前已定义; E_0 定义为: 通过直接测得的 $E = \frac{\Delta T_{\text{上}} + \Delta T_{\text{下}}}{2\Delta T_{\text{中}}}$ 值求出的、界面热阻为零时的无量纲比值。

另一方面, 为确定 $B_2 = \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{空}}} d_{\text{槽}}$, 需知 $d_{\text{槽}}/k_{\text{空}}$, 令 $d_{\text{槽}}/k_{\text{空}} = r$, 称为由热偶槽的存在而引起的附加热阻 (单位: 厘米²·秒·度/卡); 于是, 式(12)可改写为 (参见图 7)

$$\frac{d'}{E_0} = \frac{k_{\text{标}}}{k} D + k_{\text{标}} \cdot r \quad (18)$$

由式(18)可解出

$$k = \frac{D}{\frac{d'}{E_0 k_{\text{标}}} - r} \quad (19)$$

式(19)即为计算样品热导率的最终算式。式中, $k_{\text{标}}$ 为已知值, D 为独立的测量值, E_0 需通过实测求得; d' 和 r 为装有镶嵌式热电偶的标准样品的恒定结构参数, 必须预先确定。

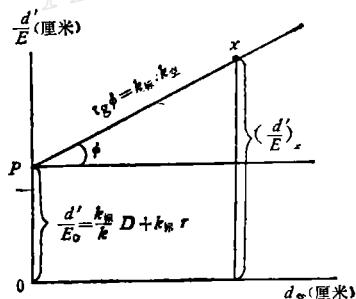


图 7 $\overline{OP}$ 线段的物理含义

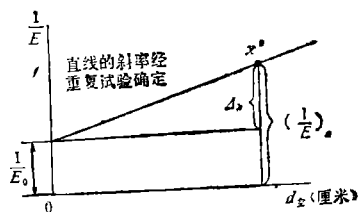


图 8 求 $\frac{1}{E_0}$ 值的示意图

下面分别给出确定 E_0 和结构参数 d' 和 r 的方法。

确定 E_0 的方法: 在参数 d' 尚未求出前, 宜在图 8 那样的坐标系中先求出 $\frac{1}{E_0}$ 值: $\left(\frac{1}{E}\right)_{x'}$ 为某片垫圈时的实测结果。

由图 8 知

$$\frac{1}{E_0} = \left(\frac{1}{E}\right)_{x'} - \Delta_{x'} \quad (20)$$

$\Delta_{x'}$ 是一项中间参数, 可参考图 9, 在差值坐标系中, 根据重复试验多次求得的“标准曲线”

确定之。

若将式(20)改写成通式,得

$$\frac{1}{E_0} = \frac{1}{E_i} - \Delta_i \quad (21)$$

即试验时应用任一垫圈测得的 $\frac{1}{E_i}$ 值,都可通过相应的 Δ_i 求出 $\frac{1}{E_0}$ 值。

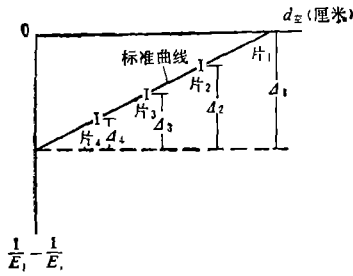


图9 通过“标准曲线”
求 Δ_i 值示意图

注:“标准曲线”是用同一套(四对)垫圈,对不同质的样品经多次重复测定的。
“1”线段表示数据离散程度。

确定 d' 和 r 的方法:选用两种热导率为已知的材料作为样品(分别用“甲”、“乙”代表),用热导率为已知 $k_{\text{标}}$ 的标准材料作适当数量的重复试验, $k_{\text{甲}}$ 、 $k_{\text{乙}}$ 为已知值, $D_{\text{甲}}$ 、 $D_{\text{乙}}$ 为实测值,于是仿式(18),可列出下列二元一次联立方程组:

$$\left. \begin{aligned} \text{对于“甲”有: } \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{甲}} d' &= \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{甲}}} D_{\text{甲}} + k_{\text{标}} r \\ \text{对于“乙”有: } \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{乙}} d' &= \frac{k_{\text{标}}}{k_{\text{乙}}} D_{\text{乙}} + k_{\text{标}} r \end{aligned} \right\} \quad (22)$$

从式(22)中可解出 d' 和 r 值,作为今后日常测试计算中的固定参数。

对上述方法的初步误差分析表明,由热状态的不稳定性、及热电偶热电常数 α 的微小的非线性变化引起的测温误差是微乎其微的。当样品的直径与厚度比值大于6时,径向漏热引起的误差亦可忽略不计。因此,如待装样后一小时取测量读数,则在样品上所建立的温度场,可认为是满足稳定一维纵向热流模式的。对基于此热流模式导出的 k 值计算公式(19)进行分析表明:为评价 k 值测定的精确度,可设定 $k_{\text{标}}$ 值为精确无误值,因此 k 值误差的来源,一是参数 d' 和 r 的传递误差,另一是 $\frac{1}{E_0}$ 值的测定误差。由于 d' 和 r 二项参数是根据方程组(22)联立解出的,因此可分别列出 d' 和 r 的参量通式如下:

$$d' = \frac{k_{\text{标}} \frac{D_{\text{甲}}}{k_{\text{甲}}} - k_{\text{标}} \frac{D_{\text{乙}}}{k_{\text{乙}}}}{\left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{甲}} - \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{乙}}} \quad (23)$$

$$r = \frac{\left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{乙}} \frac{D_{\text{甲}}}{k_{\text{甲}}} - \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{甲}} \frac{D_{\text{乙}}}{k_{\text{乙}}}}{\left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{甲}} - \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{乙}}} \quad (24)$$

将式(23)、(24)的表达式代入式(19),经整理后,得 k 值的另一种表达式:

$$k = \frac{D \left[\left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{甲}} - \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{乙}} \right]}{\frac{1}{E_0} \left(\frac{D_{\text{甲}}}{k_{\text{甲}}} - \frac{D_{\text{乙}}}{k_{\text{乙}}} \right) - \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{乙}} \frac{D_{\text{甲}}}{k_{\text{甲}}} + \left(\frac{1}{E_0} \right)_{\text{甲}} \frac{D_{\text{乙}}}{k_{\text{乙}}}} \quad (25)$$

式(25)中, D 、 $D_{\text{甲}}$ 、 $D_{\text{乙}}$ 为实测的厚度值,其测量误差可忽略不计; $k_{\text{甲}}$ 、 $k_{\text{乙}}$ 为已知热导率,

设为准确无误。由式可见, k 值测定的精确度, 取决于 $\left(\frac{1}{E_0}\right)_甲$ 、 $\left(\frac{1}{E_0}\right)_乙$ 及 $\frac{1}{E_0}$ 值确定的精确度。这三个值都按式 $\frac{1}{E_0} = \frac{1}{E_i} - \Delta_i$ 确定之, 因之, k 值的精度最终取决于中间参数 Δ_i 与各次测量值 $\frac{1}{E_i}$ 的误差。在仪器的温差分辨率为千分之二度、工作温差达 14°C 的情况下, $\frac{1}{E_i}$ 值平均值测试误差的量级是很小的 (仅百分之零点几)。只要在作图 9 所示的“标准曲线”时, 试验重复的次数足够, 以保证参数 Δ_i 有较高的准确度, 就可将实验误差控制在所需要的范围内。

通过六次重复试验求得的 Δ_i 值, 其误差控制在 $\pm 1\%$ 左右, 使最大相对误差不超过 $\pm 7\%$ 。

为验证此类误差评价, 专门选了 19 块不同岩性的岩石样品, 分别用两套标准样品进行测试, 求得的 k 值进行比较, 得到如下表中结果:

不同标准样测试同一岩样所得结果的对比

样品序号	第一套标准样的测试结果 $k \times 10^3$	第二套标准样的测试结果 $k \times 10^3$	$\frac{\Delta k}{k_{均}}$ $K_e(\%)$	样品序号	第一套标准样的测试结果 $k \times 10^3$	第二套标准样的测试结果 $k \times 10^3$	$\frac{\Delta k}{k_{均}}$ $K_e(\%)$
1	5.62	5.64	-0.4	11	6.46	6.22	+3.8
2	5.94	5.77	+2.9	12	5.38	5.38	0
3	9.84	10.20	-3.6	13	5.04	4.98	+1.3
4	5.66	5.70	-0.9	14	5.79	5.79	0
5	10.98	11.55	-5.0	15	5.81	5.52	+5.1
6	4.73	4.89	-3.2	16	4.24	4.17	+1.2
7	4.82	4.77	+1.2	17	5.87	5.88	-0.2
8	4.14	4.12	+0.4	18	6.68	6.30	+5.9
9	5.92	5.69	+4.0	19	7.00	7.06	-1.0
10	4.71	4.85	-3.0				

对表中的 K_e 值进行统计分析^[2], 求得 19 个偏差百分值代数值的平均值 $\bar{K}_e = +0.18\%$, 已相当接近于零; 其绝对值的平均值 $|\bar{K}_e| = 2.0\%$, 说明测试结果的重复性是良好的, 最大偏差不超过 $\pm 6.0\%$, 与上述误差分析相符。

参 考 文 献

- [1] A. E. Beck, *J. Sci. Instrum.* **34**, 186—189, 1957.
- [2] 冯师颜, 误差理论与实验数据处理, 科学出版社, 1964.

A STEADY STATE PLATE METHOD OF MEASURING THERMAL-CONDUCTIVITY OF ROCK SAMPLES

Shen Xian-jie Lu Xiu-wen

(Institute of Geology, Academia Sinica)

Abstract

A stable plate method of measuring thermal conductivity of rock samples has been designed and used. The measurement is carried out by comparison with a sample of known thermal conductivity. The special feature of the method is the elimination of the effect of thermal resistance at the boundary surfaces of the rock samples. With the required accuracy of measurement, time for the preparation of the rock samples can be greatly reduced.

地 震 学 报
ACTA SEISMOLOGICA SINICA