

03.09.19

## Вклад теплового излучения при измерении теплопроводности образцов песчаника

© Ю.П. Заричняк<sup>1</sup>, А.Э. Рамазанова<sup>2</sup>, С.Н. Эмиров<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Институт проблем геотермии ДагНЦ РАН, Махачкала, Россия

E-mail: ada\_ram@mail.ru

(Поступила в Редакцию 22 апреля 2013 г.)

Исследована эффективная теплопроводность песчаника в условиях высоких давлений до 400 МПа и температур 273–523 К. Показано, что на температурную и барическую зависимости теплопроводности существенно влияет степень кристаллизации породообразующих минералов. Проанализирован вклад переноса тепла излучением при измерении теплопроводности песчаника при различных температурах с учетом отражения и ослабления теплового излучения. Представлены результаты измерений спектров отражения и поглощения теплового излучения.

Работа выполнена в рамках гранта № 11-05-00651а.

### 1. Введение

Исследование тепловых свойств горных пород в условиях высоких давлений, температур и флюидонасыщения позволяет эффективнее решать многие практические задачи геофизики. Механизм теплопереноса в твердых телах, особенно в горных породах, очень сложный. Даже при многих упрощениях теоретически точно предсказать теплопроводность пористых материалов затруднительно, а иногда и невозможно. Породы представляют собой многокомпонентные соединения, состоящие из минералов с различным химическим составом и разной степенью кристаллизации. Поэтому теплопроводность горных пород зависит не только от давления и температуры, но и от их минералогического состава, структуры и геометрии пор, размеров зерен, формы трещин и их концентрации.

Имеющиеся в научной литературе результаты экспериментального исследования теплопроводности твердых тел получены или только при высоких температурах, или только при высоких давлениях. Работ, посвященных одновременному влиянию температуры и давления на теплопроводность твердых тел, в научной литературе недостаточно из-за трудности проведения эксперимента.

Согласно существующим в настоящее время теориям теплопереноса в твердых телах [1–4] и экспериментальным данным, температурная зависимость эффективной теплопроводности  $\lambda_{\text{eff}}$  описывается уравнением

$$\lambda_{\text{eff}} = CT^{-m}, \quad (1)$$

где  $T$  — абсолютная температура;  $C$  — параметр, зависящий от упругих свойств твердого тела и частотных характеристик атомов, размерность которого меняется в зависимости от показателя степени  $m$ ;  $m = 1$  — для идеальных кристаллических соединений, у которых существует дальний порядок межатомных связей;

$m = 0.5$  — для кристаллических соединений с большим количеством дефектов;  $m = -(0.3-0.5)$  для аморфных соединений, у которых отсутствует дальний порядок межатомных связей [5]. Из этого следует, что величина  $\lambda_{\text{eff}}$  горных пород и, особенно, ее температурная зависимость, являются чувствительными к дефектам и кристаллическому состоянию породообразующих минералов [6,7].

Влияние давления на теплопроводность горных пород большинство авторов [8–11] анализирует на основании формулы Лейбфрида–Шлеймана [12], которая в первом приближении предсказывает линейный рост теплопроводности с увеличением давления за счет роста частоты упругих колебаний решетки

$$\lambda = \text{const} \frac{Ma\Theta^3}{\gamma^2 T},$$

где  $M$  — молекулярный вес,  $a$  — среднее расстояние между атомами,  $\Theta$  — характеристическая температура Дебая,  $\gamma$  — параметр Грюнрайzena.

Однако в достаточно большом числе работ [10,13–15] теплопроводность твердых тел в поликристаллическом состоянии под давлением интенсивно растет на начальной стадии, а затем стремится к насыщению.

В связи с этим особое значение придается экспериментальным исследованиям теплофизических свойств флюидонасыщенных горных пород при совместном влиянии давления и температуры, приближенных к естественным условиям залегания пород.

### 2. Результаты эксперимента

В работе представлены результаты экспериментальных исследований влияния гидростатического давления  $P$  до 400 МПа в области температур  $T = 273-523$  К

на теплопроводность мелкозернистого песчаника в газо-, водо- и маслонасыщенном состояниях, а также рассматривается вклад переноса тепла излучением при измерении теплопроводности песчаника при различных температурах с учетом отражения и ослабления теплового излучения.

Как известно, песчаник состоит из смеси породобразующих минералов с большим количеством кварца, который может быть как в аморфном, так и в кристаллическом состоянии.

Для измерения использован один из вариантов абсолютного компенсационного метода плоских пластин в стационарном тепловом режиме [16]. Изготовленные образцы имели диаметр 13 mm и высоту 3.5–4.0 mm. В качестве среды, передающей давление, использовались касторовое масло и газ аргон, которые накачивались в камеру высокого давления через толстостенные трубки-капилляры. Относительная погрешность измерения теплопроводности данным методом не превышала 6%.

В таблице и на рис. 1, 2 представлена эффективная теплопроводность газо-, водо- и маслонасыщенного пористого песчаника (глубина залегания 4500–4900 m, плотность  $\rho = 2.28 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ , открытая пористость 7%) при различных гидростатических давлениях до 400 МПа в диапазоне температур 273–523 К, характерных для горных пород на изучаемых глубинах в исследуемых регионах.

Эффективная теплопроводность образцов песчаника обратно пропорциональна температуре (рис. 1) и может быть описана уравнением (1), значения  $m$  и  $C$  приведены в таблице. Полученное низкое значение показателя степени  $m = 0.28$  в уравнении (1) указывает на наличие в данном образце кварцевых соединений с различной степенью кристаллизации, что приводит к разным механизмам теплопереноса (волновому и активационному).

При воздействии давления (рис. 2) наблюдается нелинейный рост величины эффективной теплопроводности: более сильный рост до 100 МПа и далее плавный переход на насыщение. Давление также влияет и на температурную зависимость теплопроводности: если при  $P = 0.1 \text{ МПа}$   $m = 0.28$ , то при  $P = 400 \text{ МПа}$   $m = 0.19$ . Такое уменьшение значения показателя степени  $m$  может указывать на то, что под давлением возникают процессы дополнительного рассеяния тепловых волн.

Насыщение флюидами (масло, вода) образцов песчаника с открытой пористостью, равной 7%, приводит к росту величины эффективной теплопроводности. Как видно из таблицы, насыщение маслом увеличивает  $\lambda_{\text{эф}}$  на 5–7%, водой — на 11–15%. Рост  $\lambda_{\text{эф}}$  при повышении давления существенно зависит от величины теплопроводности флюида, заполняющего поры. Для образца, насыщенного касторовым маслом, при давлении 400 МПа этот рост составляет 15–18%, а изменение давления в том же диапазоне у водонасыщенных образцов увеличивает теплопроводность всего на 8–10%.

Для выяснения причин, вызывающих нелинейный рост  $\lambda_{\text{эф}}$ , нами была измерена теплопроводность при по-

вышении и понижении давления, что подтвердило отсутствие гистерезиса. Такой ход кривой можно объяснить возникновением дополнительных процессов рассеяния тепловых волн в горных породах как в веществе с неупорядоченной структурой.

В настоящей работе на этих же образцах рассматривается вклад переноса тепла излучением при измерении теплопроводности при различных температурах с учетом отражения и ослабления теплового излучения.

В условиях отсутствия конвекции в низкопористых образцах (пористость менее 10%) тепловой поток  $Q$ , проходящий через образец (рис. 3), формируется двумя механизмами — кондуктивным (фононным) переносом  $Q_{\text{фон}}$  и тепловым излучением  $Q_{\text{рад}}$ :

$$Q = Q_{\text{фон}} + Q_{\text{рад}},$$

$$Q_{\text{рад}}(x) = \{Q_{\text{рад}}(x=0)(1-\alpha)\} \exp(-kx),$$

где  $Q_{\text{рад}}(x=0)$  — поток излучения от поверхности 1 с температурой  $T_1$  к поверхности 2 с температурой  $T_2$ ;  $\alpha$  — интегральный (осредненный по исследуемому диапазону температур) коэффициент отражения образцом теплового излучения от поверхности;  $k$  — интегральный коэффициент ослабления (поглощения) теплового излучения, проходящего через образец толщиной  $x$  в исследуемом спектральном диапазоне.

Коэффициент ослабления (поглощения) излучения  $k$  связан с толщиной образца  $x$  и его безразмерной „оптической толщиной“  $\tau$  соотношением  $\tau = kx$  [17].

Если при проведении измерений обеспечиваются условия  $\Delta T \ll T_1 T_2$  ( $\Delta T = T_1 - T_2$ ) и  $\tau = kx$ , то исходную нелинейную задачу, где интенсивность теплового излучения зависит от температуры в четвертой степени (закон Стефана–Больцмана), можно линеаризовать [17, 18] и получить приближенное выражение для лучистой составляющей коэффициента теплопроводности в виде

$$\lambda_{\text{рад}} = (16/3)n^2\sigma T^3 Y(\varepsilon, \tau), \quad (2)$$

где  $n$  — коэффициент преломления,  $\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ W/(m}^2 \cdot \text{K}^4)$  — постоянная Стефана–Больцмана,  $Y$  — комплексный параметр, учитывающий ослабление излучения в объеме образца и на границах;  $\varepsilon$  — степень черноты поверхностей измерительной ячейки экспериментальной установки, между которыми помещается исследуемый образец. Численные значения  $Y(\varepsilon, \tau)$ , важные для расчетов в области малых значений  $\tau$  и  $\varepsilon$ , представлены в [18]. В нашем случае  $0.9 < \varepsilon < 1.0$ . Если  $n \cong 1$ , а оптическая толщина слоя  $1 < \tau < 10$ , то для оценки лучистой составляющей коэффициента теплопроводности в „сером“ спектральном приближении можно воспользоваться упрощенной формулой [19]

$$\lambda_{\text{рад}} = (0.3/k)(T/100)^3,$$

где 0.3 — размерная константа, ее размерность  $\text{W/(m}^2 \cdot \text{K}^4)$ .

Теплопроводность мелкозернистого песчаника в зависимости от давления и температуры

$P$ , МПа	$\lambda_{\text{eff}}$ , W/(m·K)						$m$	$C$ W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>m-1</sup>
	275 K	323 K	373 K	423 K	473 K	523 K		
Газонасыщенный								
0.1	2.06	1.91	1.83	1.76	1.71	1.66	0.28	9.87
50	2.18	2.10	2.03	1.97	1.92	1.88	0.23	7.82
100	2.2	2.13	2.07	2.07	1.97	1.94	0.20	6.80
150	2.24	2.16	2.10	2.04	2.00	1.96	0.20	7.09
200	2.25	2.17	2.11	2.06	2.01	1.97	0.20	7.08
250	2.26	2.19	2.13	2.08	2.04	2.00	0.19	6.49
300	2.27	2.20	2.14	2.09	2.05	2.01	0.19	6.48
350	2.28	2.21	2.15	2.10	2.06	2.02	0.19	6.48
400	2.29	2.22	2.16	2.10	2.05	2.02	0.19	6.48
Маслонасыщенный								
0.1	2.16	2.07	1.99	1.93	1.87	1.83	0.25	9.03
50	2.24	2.14	2.06	2.00	1.94	1.90	0.25	9.29
100	2.29	2.21	2.13	2.09	2.05	2.01	0.20	8.83
150	2.34	2.25	2.19	2.13	2.08	2.04	0.21	8.34
200	2.37	2.28	2.21	2.15	2.10	2.06	0.21	8.15
250	2.40	2.31	2.24	2.19	2.13	2.09	0.21	7.91
300	2.42	2.33	2.26	2.20	2.15	2.11	0.21	7.89
350	2.44	2.36	2.29	2.23	2.18	2.14	0.20	7.56
400	2.46	2.34	2.31	2.25	2.20	2.16	0.20	7.55
Водонасыщенный								
0.1	2.38	2.27	2.19	2.12	2.06	2.01	0.26	10.23
50	2.40	2.30	2.22	2.15	2.10	2.06	0.24	9.35
100	2.43	2.34	2.26	2.19	2.14	2.09	0.23	8.92
150	2.45	2.36	2.28	2.21	2.16	2.11	0.23	8.89
200	2.47	2.38	2.30	2.23	2.18	2.13	0.23	8.86
250	2.49	2.40	2.32	2.25	2.20	2.15	0.22	8.84
300	2.51	2.42	2.34	2.27	2.22	2.17	0.22	8.81
350	2.53	2.44	2.36	2.29	2.24	2.19	0.22	8.79
400	2.55	2.46	2.38	2.31	2.26	2.21	0.22	6.48

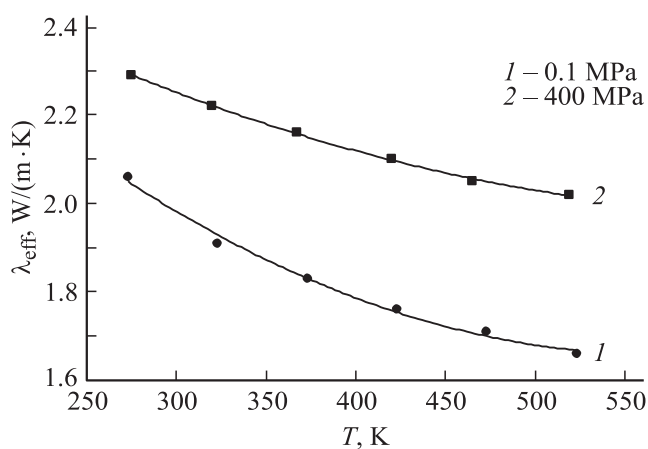


Рис. 1. Зависимость теплопроводности газонасыщенного песчаника от температуры.

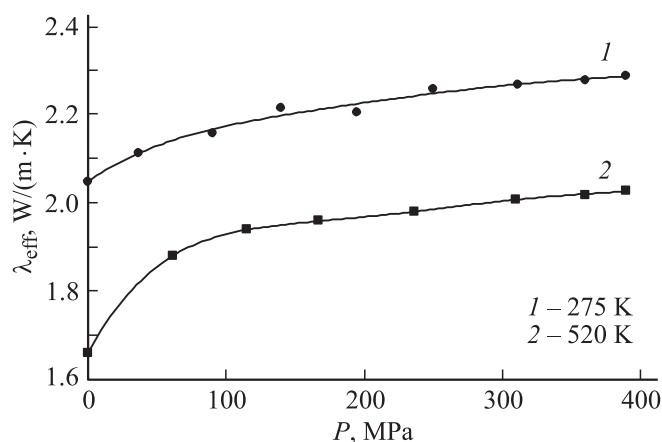
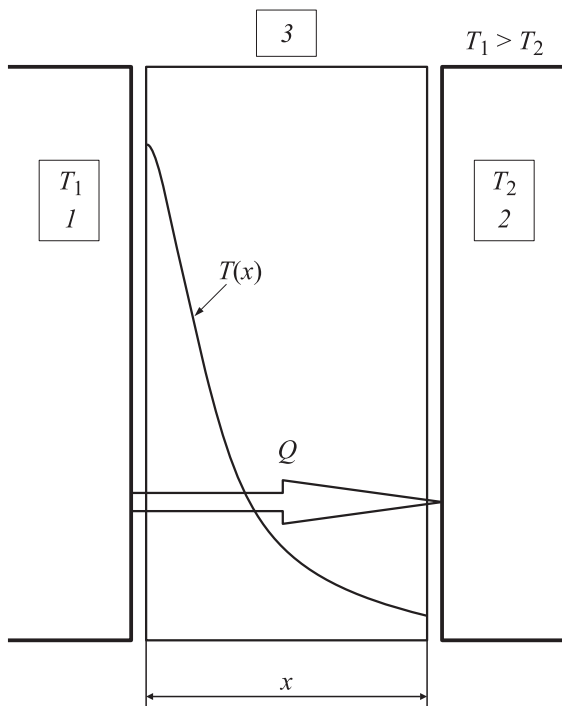


Рис. 2. Зависимость теплопроводности газонасыщенного песчаника от давления.



**Рис. 3.** Схема измерительной ячейки экспериментальной установки. 1 и 2 — изотермические плоскости измерительной ячейки с температурами  $T_1$  и  $T_2$ , 3 — исследуемый образец толщиной  $x$ ,  $T_x$  — характер изменения температуры по толщине образца.

Интенсивность лучистого потока  $Q_{rad}$  при прохождении через образец толщиной  $x$  изменяется по закону Бугера [17]

$$Q_{rad}(x) = Q_{rad}(x = 0) \exp(-kx).$$

Тогда интегральный коэффициент ослабления излучения

$$k = (1/x) \ln\{Q_{rad}(x)/Q_{rad}(x = 0)\}.$$

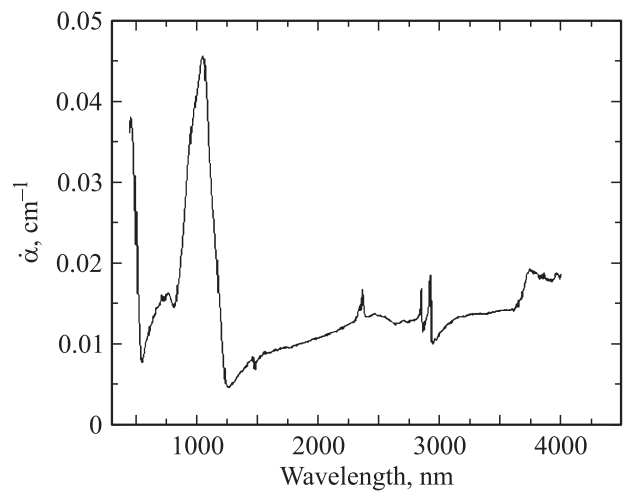
Исследование оптических характеристик — коэффициентов отражения  $\alpha$  и ослабления  $k$  теплового излучения — проводилось на образцах песчаника толщиной 6, 4 и 2 mm.

Измерения проведены в лаборатории кафедры оптоинформационных технологий и материалов СПб НИУ ИТМО на экспериментальных установках: спектрофотометрах Perkin Elmer Lambda 900 в диапазоне длин волн 0.3–0.7  $\mu\text{m}$  видимой части спектра и Bruker Tensor 27 в ближнем (до 2  $\mu\text{m}$ ) и дальнем (2–10  $\mu\text{m}$ ) инфракрасном диапазоне. Относительная погрешность оптических измерений не превышает 0.2–0.3%.

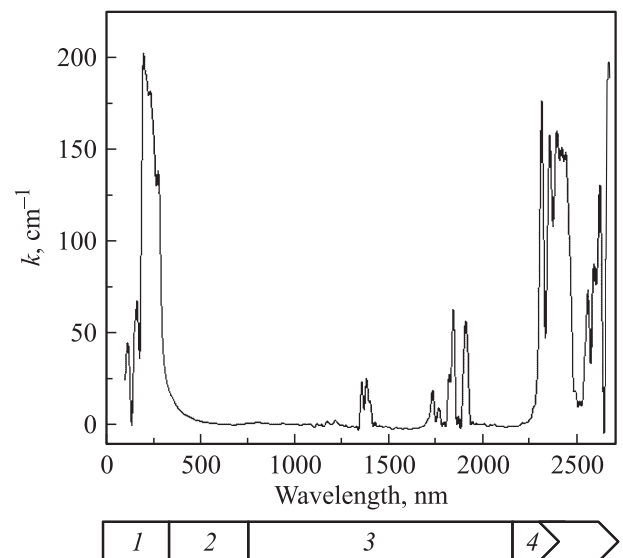
Предварительные измерения показали, что исследуемые образцы песчаника толщиной 6 и 4 mm представляют собой заведомо „оптически толстые слои“ [17,18] и не пропускают регистрируемого на приборах излучения ни в видимом (зеленый лазер), ни в инфракрасном диапазонах. Их „оптическая толщина“  $\tau$  предположительно находилась в пределах  $10 < \tau = kx < 20$ .

Стало ясно, что для измерения оптических характеристик таких „оптически толстых“ образцов следует:

- 1) очистить поверхность, контактирующую с изотермическими плоскостями прибора, от следов графитового порошка, который обычно используется для снижения погрешности измерений теплопроводности, обусловленной контактным термическим сопротивлением между образцом и изотермическими металлическими поверхностями измерительной ячейки, и мог вызвать существенное ослабление теплового излучения;
- 2) существенно уменьшить толщину исследуемых образцов, последовательно шлифуя их до толщины 2, 1.3 и 0.93 mm;
- 3) полировать контактную поверхность образцов, что позволяет снизить рассеяние теплового излучения по направлению нормали.



**Рис. 4.** Спектр отражения излучения.



**Рис. 5.** Спектр ослабления (поглощения) излучения. 1 — ультрафиолетовый диапазон, 2 — видимый диапазон, 3 и 4 — „ближний“ и „дальний“ инфракрасный диапазоны.

Зарегистрировать тепловое излучение, проходящее через образец, удалось после уменьшения толщины образцов мелкозернистого песчаника до 0.93 mm.

На полированном образце толщиной  $x = 0.93$  mm отношение интенсивности падающего и прошедшего потоков находилось в диапазоне

$$0.018 < Q_{\text{rad}}(x)/Q_{\text{rad}}(x = 0) < 0.020,$$

что соответствует интегральному коэффициенту ослабления (поглощения) теплового излучения  $4200 < k < 4300 \text{ m}^{-1}$ .

Используя рекомендуемое в литературе расчетное соотношение (2), оценим вклад  $\lambda_{\text{rad}}$  теплового излучения, проникающего через образец мелкозернистого низкопористого песчаника (толщиной 0.93 mm), в теплопроводность таких же образцов, экспериментально исследованных и описанных в настоящей работе.

По формуле (2) для  $n = 1.5$ ,  $k = 100 \text{ m}^{-1}$ ,  $T = 523$  K получаем  $\lambda_{\text{rad}} \approx 0.023 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ , в то время как измеренные значения теплопроводности образцов составляют 2.3 W/(m · K) для песчаника, 2.7 W/(m · K) для алевролита и 3.1 W/(m · K) для доломита [20]. Для  $T = 300$  K  $\lambda_{\text{rad}} \approx 0.0044 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ , тогда как измеренные значения составляют 2.7 W/(m · K) для песчаника, 1.9 W/(m · K) для алевролита и 3.1 W/(m · K) у доломита [20].

На рисунках представлены результаты измерений спектральных коэффициентов отражения  $\alpha$  (рис. 4) и ослабления (поглощения)  $k$  (рис. 5) теплового излучения в ультрафиолетовой, видимой части спектра и в ближнем инфракрасном диапазоне.

### 3. Заключение

На основании полученных экспериментальных данных можно сделать следующие выводы.

В низкопористых и мелкозернистых образцах даже при небольшой толщине (около 1 mm) перенос тепла излучением в диапазоне температур 300–600 K составляет около 1% по отношению к их теплопроводности.

Если торцевые поверхности образцов не покрыты графитовым порошком, то при обработке результатов измерений следует учитывать отражение теплового излучения, которое может дополнительно снизить величину теплового потока, поступающего в образец за счет излучения, еще на 1–2%.

Перенос тепла излучением при более высоких температурах может дать более значительный вклад в случае тонких (1 mm и менее) образцов с высокой пористостью и большей оптической прозрачностью в инфракрасном диапазоне. Тогда для корректной оценки вклада проникающего теплового излучения в измеренные значения коэффициентов теплопроводности потребуется измерение их оптических характеристик — коэффициентов ослабления (поглощения) теплового излучения.

При исследовании образцов с толщиной более 3 mm вклад лучистого переноса в измеренные значения теплопроводности, скорее всего, останется пренебрежимо малым и не превысит долей процента.

### Список литературы

- [1] A. Eucken. *Ann. Phys.* **34**, 185 (1911).
- [2] P.G. Klemens. *J. Thermal Conductivity* **14**, 137 (1976).
- [3] Дж. Займан. *Электроны и фононы*. ИЛ, М. (1962). 1124 с.
- [4] Р. Пайерлс. *Квантовая теория твердых тел*. ИЛ, М. (1956). 324 с.
- [5] А.В. Петров, Л.С. Стильбанс. *Тр. VI Междунар. конф. по аморфным и жидким полупроводникам*. Л. (1975). 122 с.
- [6] М.П. Воларович, Е.И. Баюк, А.И. Левыкин, И.С. Томашевская. *Физико-механические свойства горных пород и минералов при высоких давлениях*. Наука, М. (1974). 223 с.
- [7] В.С. Оскотский, И.А. Смирнов. *Дефекты в кристаллах и теплопроводность*. Наука, М. (1972). 157 с.
- [8] В.Е. Селезнев, Н.С. Цыпкина, А.В. Петров, А.А. Аверкин, Ю.А. Логачев. *ФТТ* **18**, 1423 (1976).
- [9] O. Alm, G. Backstrom. *High Temp. High Press.* **7**, 235 (1975).
- [10] K. Horai, J. Susaki. *Phys. Earth Planetary Interiors* **55**, 292 (1989).
- [11] Т.С. Лебедев, В.И. Шаповал, А.А. Правдивый. *Геофиз. журн.* **1**, 2, 17 (1979).
- [12] G. Leibfried, E. Schlömann. *Nachr. Acad. Wiss. Göttingen Math. Phys.* **K 1**, 2a, 71 (1954).
- [13] D.S. Hughes, F. Savin. *Phys. Rev.* **161**, 3, 861 (1967).
- [14] К.П. Родионов. *ЖТФ* **26**, 2, 375 (1956).
- [15] U. Seipold, R. Engler. *Gerlands. Beiträge. Geophys.* **90**, 1, 65 (1981).
- [16] Х.И. Амирханов, Я.Б. Магомедов, С.Н. Эмиров. *ФТТ* **5**, 1512 (1973).
- [17] Э.М. Спэрроу, Р.Д. Сесс. *Теплообмен излучением*. Энергия, Л. (1971). 274 с.
- [18] H. Poltz. *J. Heat Mass Transfer* **8**, 4, 609 (1965).
- [19] Г.Н. Дульнев, Ю.П. Заричняк. *Теплопроводность смесей и композиционных материалов*. Энергия, Л. (1974). 264 с.
- [20] А.Э. Рамазанова, С.Н. Эмиров. *Изв. РАН. Сер. физ.* **76**, 1, 144 (2012).